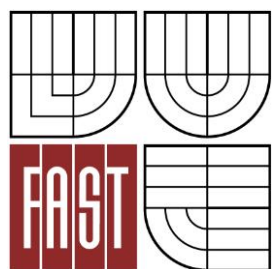




**VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ**  
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



**FAKULTA STAVEBNÍ**  
**ÚSTAV TECHNOLOGIE STAVEBNÍCH HMOT A**  
**DÍLCŮ**

FACULTY OF CIVIL ENGINEERING  
INSTITUTE OF TECHNOLOGY OF BUILDING MATERIALS AND  
COMPONENTS

## **VYSOKOTEPLTNÍ CHARAKTERISTIKY** **ŽÁROVZDORNÝCH MATERIÁLŮ**

HIGH-TEMPERATURE CHARACTERISTICS OF REFRACTORY MATERIALS

**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**  
BACHELOR'S THESIS

**AUTOR PRÁCE**  
AUTHOR

**MARTIN KONEČNÝ**

**VEDOUCÍ PRÁCE**  
SUPERVISOR

**Ing. LENKA NEVŘISOVÁ, Ph.D.**

BRNO 2015



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

## FAKULTA STAVEBNÍ

**Studijní program** B3607 Stavební inženýrství  
**Typ studijního programu** Bakalářský studijní program s prezenční formou studia  
**Studijní obor** 3607R020 Stavebně materiálové inženýrství  
**Pracoviště** Ústav technologie stavebních hmot a dílců

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

**Student** Martin Konečný

**Název** Vysokoteplotní charakteristiky žárovzdorných materiálů.

**Vedoucí bakalářské práce** Ing. Lenka Nevřivová, Ph.D.

**Datum zadání bakalářské práce** 30. 11. 2014

**Datum odevzdání bakalářské práce** 29. 5. 2015

V Brně dne 30. 11. 2014

.....  
prof. Ing. Rostislav Drochytka, CSc.,  
MBA  
Vedoucí ústavu

.....  
prof. Ing. Rostislav Drochytka, CSc.,  
MBA  
Děkan Fakulty stavební VUT

## **Podklady a literatura**

1. B. S. Skidan, S. A. Borisov. High-Temperature Tests of Heat-Insulating Refractory Materials for Thermal Conductivity. Refractories and Industrial Ceramics, Vol. 40, Nos. 3 - 4, 1999
2. TOMŠŮ František, ČERMÁK Anton. Šamot a dinas: suroviny, výroba, použití, SVTL Bratislava 1964, 274 s.
3. NEVŘIVOVÁ Lenka. Studium mikrostruktury žárovzdorných materiálů. Disertační práce. VUT v Brně. 152 s. 2005.
4. SAŠEK Ladislav a BARTUŠKA Miloslav. Laboratorní metody v oboru silikátů, Nakladatelství technické literatury Praha, 1981, 319 s. ISBN 04-824-81.
5. ROUTSCHKA Gerald und WUTHNOW Hartmut. Handbook of Refractory Materials. 347 s. Germany 2012, ISBN 978-3-8027-3162-4.
6. STAROŇ Jozef, TOMŠŮ František. Žiaruvzdorné materiály: výroba, vlastnosti, použití, Alfa, 1992, 400 s. ISBN 80-05010230

## **Zásady pro vypracování**

U všech žárovzdorných materiálů jsou standardně stanovovány fyzikálně mechanické vlastnosti materiálu za normálních teplot a z nich je usuzováno na jejich chování za zvýšených, provozních, teplot. Zkoušky prováděné za zvýšených teplot jsou finančně náročné, ale jejich vypovídající schopnost je vyšší.

Cílem bakalářské práce je sumarizovat žárové zkoušky, které jsou pro posouzení kvality a použitelnosti hutných i izolačních žárovzdorných materiálů v současné době používány, popsat normové zkušební postupy používaných žárových zkoušek a provést rešerši zkušebních postupů využívaných v zahraničí.

V experimentální části práce posuďte vliv objemové hmotnosti a pórové struktury žáromateriálu na tepelnou vodivost materiálu za zvýšených teplot. Porovnejte naměřené hodnoty s parametry udávanými výrobcem.

## **Předepsané přílohy**

Licenční smlouva o zveřejňování vysokoškolských kvalifikačních prací

.....

Ing. Lenka Nevřivová, Ph.D.  
Vedoucí bakalářské práce

## **Abstrakt**

Bakalářská práce pojednává o zkouškách žárovzdorných materiálů, které se používají ke stanovování a ověřování jejich vlastností. Důraz je kladen především na zkoušky prováděné za zvýšených teplot, díky kterým lze získat informace o chování žárovzdorných materiálu v podmínkách, které přesněji odpovídají prostředí, ve kterých se tyto materiály reálně používají.

## **Klíčová slova**

Žárovzdorné materiály, zkoušky za vysokých teplot, dinas

## **Abstract**

This thesis deals with the testing of refractories that are used for determining and verification their qualities. The emphasis is mainly put on the tests carrying out in increased temperatures thanks to them it is possible to get information about the behaviour of refractories in the conditions which fit more exactly the environment where these materials are in fact used.

## **Keywords**

Refractory materials, high temperature test, silica bricks

### **Bibliografická citace VŠKP**

Martin Konečný *Vysokoteplotní charakteristiky žárovzdorných materiálů*. Brno, 2015. 83 s. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta stavební, Ústav technologie stavebních hmot a dílců. Vedoucí práce Ing. Lenka Nevřivová, Ph.D.

**Prohlášení:**

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci zpracoval samostatně a že jsem uvedl všechny použité informační zdroje.

V Brně dne 26.5.2015

.....  
podpis autora

Martin Konečný

## **Poděkování**

Děkuji Ing. Lence Nevřivové, Ph.D. za metodickou pomoc, cenné rady a vstřícný přístup při zpracování bakalářské práce.

Tato bakalářská práce byla zpracována s využitím infrastruktury Centra AdMaS.

## Obsah

<b>1. ÚVOD .....</b>	<b>11</b>
<b>2. TEORETICKÁ ČÁST .....</b>	<b>12</b>
<b>2.1 Charakteristiky žárovzdorných materiálů .....</b>	<b>12</b>
<b>2.2 Rozdělení žárovzdorných materiálů .....</b>	<b>13</b>
2.2.1 Rozdělení dle chemismu .....	13
2.2.2 Rozdělení dle způsobu vytváření .....	14
2.2.2.1 Tvarové žárovzdorné materiály .....	14
2.2.2.2 Netvarové žárovzdorné materiály .....	15
2.2.3 Rozdělení dle pórovitosti .....	16
2.2.3.1 Hutné žáromateriály .....	16
2.2.3.2 Izolační žáromateriály .....	16
<b>2.3 Vlastnosti žárovzdorných materiálů .....</b>	<b>17</b>
2.3.1 Kritéria hutnosti .....	17
2.3.1.1 Objemová hmotnost .....	17
2.3.1.2 Hustota .....	18
2.3.1.3 Zdánlivá hustota .....	18
2.3.1.4 Nasákavost .....	18
2.3.1.5 Zdánlivá pórovitost a skutečná pórovitost .....	18
2.3.2 Žárové vlastnosti .....	19
2.3.2.1 Stanovení žárovzdornosti .....	19
2.3.2.2 Stanovení pevnosti v ohybu za zvýšené teploty .....	21
2.3.2.3 Stanovení únosnosti v žáru .....	23
2.3.2.4 Stanovení tečení za vysokých teplot .....	24
2.3.2.5 Stanovení odolnosti proti náhlým změnám teploty .....	25
2.3.2.6 Stanovení součinitele délkové teplotní roztažnosti .....	26
2.3.2.7 Stanovení trvalých délkových změn v žáru .....	28
2.3.2.8 Klasifikační teplota .....	29
2.3.3 Tepelné vlastnosti .....	29
2.3.3.1 Tepelná vodivost .....	29
2.3.3.2 Teplotní vodivost .....	30
2.3.3.3 Měrné teplo .....	30
2.3.4 Odolnost proti korozi .....	31
2.3.4.1 Trámečková ponořovací zkouška .....	32
2.3.4.2 Kelímková zkouška .....	33
2.3.4.2 Modelová pec .....	34



<b>2.4 Tepelná vodivost.....</b>	<b>35</b>
2.4.1 Faktory ovlivňující tepelnou vodivost .....	38
2.4.1.1 Závislost součinitele tepelné vodivosti na teplotě.....	38
2.4.1.2 Závislost součinitele tepelné vodivosti na objemové hmotnosti .....	38
2.4.1.3 Závislost součinitele tepelné vodivosti na velikosti pórů .....	39
2.4.1.4 Závislost součinitele tepelné vodivosti na plynné fázi, která zaplňuje póry a mezery.....	40
2.4.2 Metody měření součinitele tepelné vodivosti na tvarových materiálech .....	41
2.4.2.1 Metoda chráněné teplé desky .....	41
2.4.2.2 Záblesková metoda .....	42
2.4.2.3 Metoda topného drátu .....	43
2.4.3 Měření součinitele tepelné vodivosti sypkých materiálů .....	48
2.4.3.1 Běžně používané metody.....	48
2.4.3.2 Nově vyvinutá metoda– měření ve válcové nádobě.....	51
 <b>3. PRAKTICKÁ ČÁST .....</b>	 <b>52</b>
<b>3.1 Metodika práce.....</b>	<b>52</b>
3.1.1 Objemová hmotnost.....	52
3.1.1.1 Stanovení objemové hmotnosti měřením a vážením .....	52
3.1.1.2 Stanovení objemové hmotnosti hydrostatickým vážením.....	52
3.1.2 Stanovení zdánlivé pórovitosti, zdánlivé hustoty a nasákavosti hydrostatickým vážením .....	53
3.1.3 Stanovení distribuce velikosti pórů .....	54
3.1.4 Stanovení součinitele tepelné vodivosti za normálních teplot .....	56
3.1.6 Stanovení součinitele tepelné vodivosti za zvýšených teplot .....	58
 <b>3.2 Posuzovaný materiál.....</b>	 <b>59</b>
3.2.1 Makroskopický popis vzorků.....	60
3.2.2 Mikroskopický popis vzorků .....	60
 <b>3.3 Výsledky a vyhodnocení.....</b>	 <b>62</b>
3.3.2 Stanovení distribuce pórů.....	63
3.3.3 Stanovení součinitele tepelné vodivosti .....	66
3.3.3.1 Stanovení součinitele tepelné vodivosti za běžných teplot .....	66
3.3.3.2 Stanovení součinitele tepelné vodivosti za zvýšených teplot .....	69
3.3.4 Porovnání naměřených hodnot a hodnot udávaných výrobcem .....	72

<b>4. ZÁVĚR .....</b>	<b>75</b>
-----------------------	-----------

Seznam použité literatury: .....	77
----------------------------------	----

Seznam obrázků.....	81
---------------------	----

Seznam tabulek .....	83
----------------------	----

# 1. ÚVOD

Úkolem této bakalářské práce je popsat zkušební metody pro ověřování fyzikálně mechanických vlastností žárovzdorných materiálů a jejich chování za vysokých teplot. V běžné praxi se častěji zkoušky na těchto materiálech, především z finančních důvodů, provádějí za normálních teplot. Avšak tyto zkoušky necharakterizují chování žárovzdorných materiálů tak přesně jako zkoušky prováděné za zvýšených teplot. Z těchto zkoušek lze tedy přesněji určit, jak se materiál bude chovat při vysokých teplotách, které reálněji odpovídají jeho skutečnému použití.

Experimentální část práce se zabývá posouzením vlivu objemové hmotnosti a pórovitosti na tepelnou vodivost žárovzdorných dinasových materiálů, a to jak za teplot normálních, tak za teplot zvýšených.

## 2. Teoretická část

### 2.1 Charakteristiky žárovzdorných materiálů

Za žárovzdorné materiály považujeme takové materiály, které jsou schopny dlouhodobě odolávat působení vysokých teplot. Hranice, od které považujeme výrobky za žárovzdorné je stanovena na teplotu 1500 °C. Žárovzdorné materiály používáme tam, kde technologické procesy probíhají při vysokých teplotách. Jsou konstrukčním materiálem tepelných technologických agregátů pro výrobu cementu a vápna, výrobu oceli, výrobu keramických tvarových materiálů a výrobu neželezných kovů. [1.] Používají se také pro výrobu pálicích pomůcek, výrobků užívaných při tavení a odlévání kovů. Pro každé použití se hodí jiný druh materiálu. Jejich vlastnosti jsou závislé zejména na jejich chemickém a mineralogickém složení. Namáhání žárovzdorných materiálů nespočívá jen ve vysokých teplotách, které na ně působí, ale současně jsou také namáhány agresivními plyny, které se při výpalech uvolňují. Musí bez porušení odolávat mechanickým zatížením. A pokud jsou vyzdívky přímo vystaveny kontaktu s taveninou, mohou být namáhány také otěrem. Veškerá opotřebení jsou označována jako koroze žárovzdorných materiálů. Aby mohl být daný materiál použit pro daný účel, musí být schopen těmto namáháním dlouhodobě odolávat.

Žárovzdorné materiály jsou vyráběny především na bázi oxidů  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  a  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . Většina materiálu je vyrobena jako směs oxidů a jejich sloučenin.

Tab. 1 Teplota tání jednotlivých oxidů

Oxid	Teplota tání [°C]
MgO	2852
ZrO <sub>2</sub>	2700
CaO	2625
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2265
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2054
SiO <sub>2</sub>	1726

## 2.2 Rozdělení žárovzdorných materiálů

### 2.2.1 Rozdělení dle chemismu

Dle normy ČSN EN 12475 Klasifikace žárovzdorných výrobků hutných lze žárovzdorné materiály dělit do čtyř kategorií, které se poté ještě dále dělí. Do první kategorie spadají hlinitokřemičité výrobky, do druhé zásadité výrobky obsahující méně než 7 % zbytkového uhlíku, do třetí zásadité výrobky obsahující 7 % až 30 % zbytkového uhlíku a poslední kategorii tvoří zvláštní výrobky.

**Hlinitokřemičité výrobky** se dále dělí podle obsahu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a  $\text{SiO}_2$

- vysocehlinité (obsah  $\text{Al}_2\text{O}_3$  100-45 %)
- šamotové (obsah  $\text{Al}_2\text{O}_3$  45-30 %),
- šamotové s nízkým obsahem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (obsah  $\text{Al}_2\text{O}_3$  30-10 % a do 85 %  $\text{SiO}_2$ )
- kyselé šamotové ( $\text{SiO}_2$  85- 93%) a na dinas ( $\text{SiO}_2$  více než 93 %)

**Zásadité výrobky obsahující méně než 7 % zbytkového uhlíku**

- magneziové (obsahují 80-98 %  $\text{MgO}$ )
- magnezio vápenné
- magnezio dolomitové
- dolomitové
- magnezito spinelové
- forsteritové
- magnezio chromité
- chromité
- vápenné
- magnezio zirkoničito křemičité

**Zásadité výrobky obsahující 7 až 30 % zbytkového uhlíku**

- magnezito uhlíkové
- magnezito vápenato uhlíkové
- magnezito dolomto uhlíkové
- dolomito uhlíkové

### **Zvláštní výrobky**

- hlino chromité
- chromité
- hlinito chromito zirkoničito křemičité
- zirkoničité
- zirkoničito křemičité
- hlinito zirkoničito křemičité
- hlinito uhlíkové
- hlinito siliciumpokarbido uhlíkové
- Siliciumpokarbidové
- Uhlíkové

## **2.2.2 Rozdělení dle způsobu vytváření**

Podle způsobu zpracování žárovzdorné výrobky dělíme na tvarové a netvarové. Tvarovým výrobkům se již při výrobě dává přesný tvar a slouží tedy především ke zdění. Netvarové žárovzdorné materiály je možné použít pro jejich spojování a opravy. K tomuto účelu slouží malty nebo tmely, které však musí mít obdobné vlastnosti jako spojovaný materiál. Dále lze netvarové materiály využít ke stavbě monolitických vyzdívek.

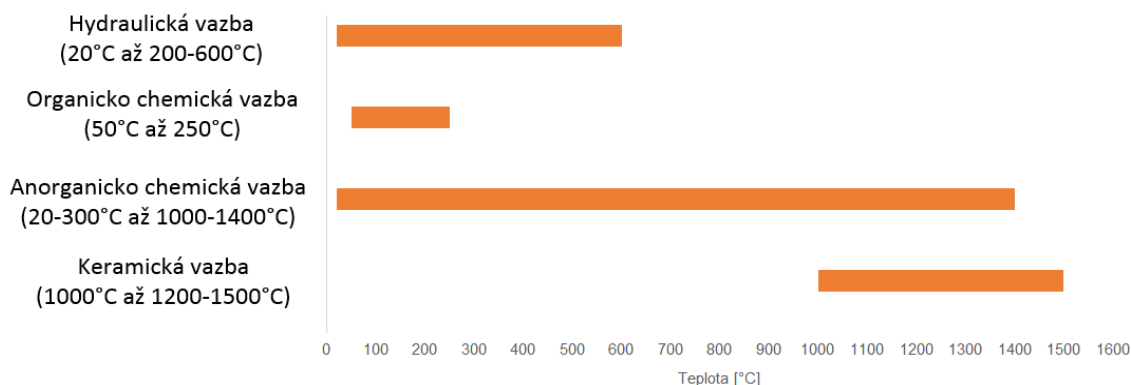
### **2.2.2.1 Tvarové žárovzdorné materiály**

Tvarové výrobky se nejčastěji vyrábějí tvarováním z plastických těst, lisováním ze sypkých směsí, litím z tekuté břečky anebo pomocí vibrolisování. K výrobě výrobků atypického tvaru se stále ještě používá ruční vytváření. Speciální kapitolu tvarových žárovzdorných materiálů tvoří výrobky, které se vyrábí tavením v pecích a následným odléváním do kovových, pískových nebo grafitových forem. Tvarové výrobky lze dále dělit podle pórovitosti na hutné anebo lehčené.

Na způsob vytváření má vliv velikost obsahu vody, polosuché směsi obsahují 2 až 8 % vody, zatímco plastické 15 až 25 %. Vyšší obsah vody usnadňuje tvarování, avšak negativně ovlivňuje kvalitu výrobků, což se projevuje zejména u smrštění sušením a větším smrštěním při výpalu. Lisovací tlaky při výrobě se pohybují v rozmezí 30 až 120 MPa. [10.]

### 2.2.2.2 Netvarové žárovzdorné materiály

Netvarové (zrněné) materiály používáme především pro výrobu malt sloužících ke spojování tvarových výrobků, dále je lze použít pro výrobu tmelů a nátěrů a také na opravy a ochranu žárovzdorného zdiva. Dále můžeme netvarové výrobky použít k výrobě monolitických vyzdívek, čehož se v dnešní době stále více využívá. Tyto monolitické vyzdívky vykazují řadu výhod, jedna z hlavních výhod této metody spočívá v tom, že ve vyzdívkě je sníženo množství spár. A tak dochází k omezení vzniku nejslabších míst ve vyzdívkě. Další výhodou je že vlastní výpal proběhne až po vytvoření přímo na místě závodu při uvedení agregátu do provozu. Avšak toto uvedení do provozu musí být provedeno přesně podle technologických postupů. Netvarové materiály se nejčastěji dodávají v suchém stavu jako směsi, které se v místě aplikace dále zpracovávají. Po navlhčení anebo smísení s vodou se ukládají vibračním litím, litím bez vibrace, pěchováním anebo dusáním. Nebo jsou dodávány přímo ve formě hmot, které jsou již připravené k použití. Netvarové žárovzdorné materiály také dále rozlišujeme dle druhu jejich vazeb. A to na materiály s vazbou keramickou, hydraulickou, organicko-chemickou a na anorganicko-chemickou. Tyto druhy vazeb mají rozdílná teplotní pole, ve kterých působí. Teplotní rozsah jednotlivých vazeb je znázorněn na následujícím obrázku.



Obr. 1 Teplotní rozmezí působení jednotlivých druhů vazeb

K netvarovým materiálům patří také žárobetony, což jsou v podstatě směsi žárovzdorných kameniv a vhodných pojiv. Podle druhu použitého pojiva lze žárobetony dále dělit podle druhu vazby a to na žárobetony s hydraulickou vazbou nebo s chemickou vazbou. Jako plnivo se nejčastěji používá hrubozrnná frakce nad 45  $\mu\text{m}$ . Pro výrobu hutného žárobetonu použitelného pro nižší teploty

(maximálně do 1400°C) se mohou používat pálené lupky nebo šamotová drť. Pro teploty na 1600°C se už musí používat speciální kameniva jako korund, mullito-korund nebo SiC. Pro izolační žárobetony s objemovou hmotností do 1200 kg/m<sup>3</sup> lze do nižších teplot použít jako plnivo keramzit, vermikulit nebo expandovaný perlit. Pro žárobetony vystavené vyšším teplotám lze použít lehčený šamot, pěnošamot nebo lehčený kaolín a pro žárobetony, které jsou vystaveny ještě vyšším teplotám, se používá kuličkový korund.

Jako pojivo s hydraulickými vlastnostmi se nejčastěji využívá hlinitanový cement, případně pro betony vystavené působení nižších teplot se z ekonomického hlediska dá použít cement portlandský. Tyto pojiva tuhnou a tvrdnou za normální teploty, avšak k rozkladu hydrátů, což jsou produkty vzniklé hydratací, dochází už při teplotách 200 až 600 °C. Při teplotách 800 °C materiály vykazují pouhých 50 % původních pevností. Ale při dalším zvyšování teplot dochází k nárůstu pevností v důsledku vzniku keramických vazeb. Žárovzdornost hlinitanového cementu se s rostoucím obsahem Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zvyšuje. A proto lze používat žárobetony, ve kterých je pojivem hlinitanovým cement s vysokým obsahem Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> až do teplot pohybujících se kolem 1900 °C.

## **2.2.3 Rozdělení dle pórovitosti**

### **2.2.3.1 Hutné žáromateriály**

Do kategorie hutných žárovzdorných materiálů spadají takové žáromateriály, které mají pórovitost nižší než 45 %. Hutné výrobky se nejčastěji používají tam, kde dochází mimo tepelného namáhání také k namáhání mechanickému, protože tyto materiály vykazují mnohem větší pevnosti oproti izolačním materiálům. Hutné žárovzdorné materiály se také hodí do pecních vyzdívek, které jsou namáhány velmi vysokými teplotami, protože tyto hutné materiály s vysokou objemovou hmotností vykazují při těchto teplotách nižší součinitel tepelné vodivosti.

### **2.2.3.2 Izolační žáromateriály**

Žárovzdorné izolační materiály se především používají pro snižování ztrát tepla z pecních agregátů. Pro tento účel jsou nejvhodnější materiály s co možná nejnížší objemovou hmotností a nejvyšší pórovitostí, protože tyto materiály vykazují lepší tepelně izolační vlastnosti. Problém, který u těchto materiálů však



nastává, je jejich snížená mechanická odolnost. Proto se nejvíce těchto materiálů používá pouze jako izolace, přičemž v pracovních vrstvách, které jsou vystaveny většímu mechanickému namáhání, se používají hutné žárovzdorné materiály. Izolační žárovzdorné materiály se obdobně jako hutné dělí podle způsobu vytváření na tvarové žáromateriály a na netvarové žáromateriály.

### **Tvarové izolační žáromateriály**

Tvarové izolační žáromateriály se dále dělí podle velikosti pórovitosti na lehké s pórovitostí v rozmezí 45-75 % a na ultralehké s pórovitostí nad 75 %. Pro dosažení požadované pórovitosti materiálů se používají různé technologie. Mezi tyto technologie patří vytvoření pórovitosti pomocí vyhořívajících příměsí, které spolu s ostřivou přidáváme k pojivu. A které po vyhoření vytvoří požadovanou pórovitost. Dalšími možnými metodami jsou napěnění vzduchem nebo použití plynotvorných a těkavých látek, u kterých pomocí reakcí dochází k vývinu plynů. Vyšší pórovitosti lze také dosáhnout přidávkou lehčeného plniva. A případně lze použít i kombinace těchto metod.

### **Netvarové izolační žáromateriály**

Výroba netvarových izolačních žáromateriálů spočívá v tom, že se jako plnivo do směsí používají lehčená kameniva. Nejčastěji se k tomuto účelu používá expandovaný perlit, vermikulit, drť z lehčeného šamotu, dutý kuličkový korund apod. Nejčastěji používaným pojivem je stejně jako u klasických netvarových žáromateriálů hlinitanový cement. Pro materiály, které nebudou vystaveny příliš vysokým teplotám lze především z ekonomického hlediska místo hlinitanových cementů použít běžné portlandské cementy.

## **2.3 Vlastnosti žárovzdorných materiálů**

### **2.3.1 Kritéria hutnosti**

#### **2.3.1.1 Objemová hmotnost**

Objemová hmotnost je jedním z nejdůležitějších parametrů celé řady výrobků. Obecně se definuje jako poměr hmotnosti vysušeného tělesa k jeho celkovému objemu, který zahrnuje všechny jeho dutiny a póry. Její stanovení je popsáno v normě ČSN EN 993-1 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky

tvarové hutné. Část 1: Stanovení objemové hmotnosti, zdánlivé pórovitosti a skutečné pórovitosti.

### 2.3.1.2 Hustota

Hustota je definována jako hmotnost daného materiálu bez dutin a pórů. Stanovuje se obvykle pyknometricky, kdy se pro měření používá jemně rozmělněný materiál. Jemným rozmělněním dojde k odstranění všech dutin a pórů. Postup pro stanovení hustoty je uveden v normě ČSN EN 993-2. V této normě jsou uvedeny dva možné postupy jak hustotu stanovit. Prvním způsobem je použití kapalinového pyknometru, kde se při měření používá kapalina o známém objemu (např. destilovaná voda). Druhá metoda využívá plynový srovnávací pyknometr.

### 2.3.1.3 Zdánlivá hustota

Zdánlivá hustota je udávána jako hmotnost vzorku dělená jeho objemem včetně jeho uzavřených pórů a dutin. Stejně jako hustota se vyjadřuje v  $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$  a vypočítává se podle vztahu:

$$ZH = \frac{m_s}{m_s - m_{nh}} \cdot \rho_v \quad [\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}]$$

#### Legenda:

$m_s$ ...hmotnost suchého vzorku [g]

$m_{nh}$ ...hmotnost nasyceného vzorku váženého hydrostaticky [g]

$\rho_v$ ...hustota vody [ $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ]

### 2.3.1.4 Nasákavost

Nasákavost se definuje jako poměr hmotnosti vody pohlčené zkušebním vzorkem k hmotnosti vysušeného vzorku, obvykle se vyjadřuje v procentech. Schopnost přijímat vodu je ovlivněna především množstvím pórů a dutin, které se v daném materiálu nacházejí. Z toho lze vyvodit, že s rostoucí pórovitostí roste i nasákavost, a proto je nasákavost jednou z nejdůležitějších vlastností charakterizující strukturu zkoumaného materiálu.

### 2.3.1.5 Zdánlivá pórovitost a skutečná pórovitost

Normový postup pro stanovení zdánlivé a skutečné pórovitosti je uveden v normě ČSN EN 993-1. Tato norma také definuje zdánlivou pórovitost jako poměr

objemu otevřených pórů a dutin k celkovému objemu vzorku včetně jeho dutin a pórů. Obvykle je udávána v procentech.

Oproti zdánlivé pórovitosti, se skutečná pórovitost vyjadřuje jako poměr všech pórů a dutin k celkovému objemu vzorku (včetně jeho dutin a pórů). Patří zde tedy i póry a dutiny, které jsou uzavřené. Rozdíl mezi otevřenými a uzavřenými póry spočívá v tom, že do otevřených pórů může volně vnikat tekutina (např. voda), zatímco do uzavřených pórů vniká jen obtížně.

U tvarově izolačních materiálů lze rozlišit dva druhy struktur. U prvního typu se ve struktuře nacházejí póry kulového a elipsoidního tvaru, ty tvoří jakési bublinky plynného média. Tyto póry jsou rovnoměrně rozloženy v tuhé fázi žárovzdorného materiálu, který tvoří spojitou fázi. Kdežto plynné médium, které se nachází v pórovém systému, je fází nespojitou. Druhý typ struktury představuje spojitou tuhou a plynnou fázi dohromady (spojitý pórovitý systém) První typ struktury ve srovnání s druhým typem mívá větší tepelnou vodivost, avšak vykazuje také vyšší mechanickou pevnost. Na tom, jakou strukturu bude daný výrobek mít, se v největší míře podílí technologický způsob výroby. [28.]

Póry lze také dělit podle jejich velikosti (průměru  $d$ ) do následujících kategorií.[32.]

*Tab. 2 Rozdělení pórů podle jejich velikostí*

Rozdělení	Průměr
Dutiny a trhlinky	$d > 1 \text{ mm}$
Velké póry	$d > 0,015 \text{ mm}$
Střední póry	$d = 0,1 - 15 \text{ } \mu\text{m}$
Jemné póry	$d = 0,015 - 0,1 \text{ } \mu\text{m}$
Mikropóry	$d < 0,015 \text{ } \mu\text{m}$

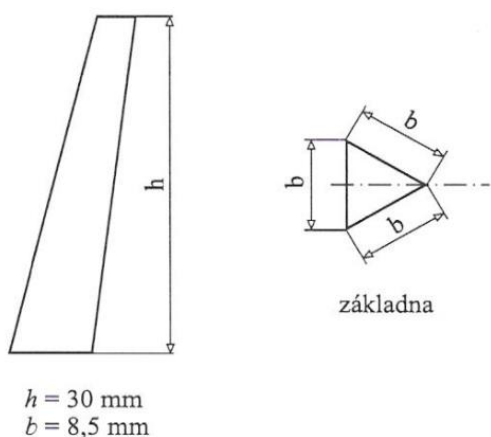
## 2.3.2 Žárové vlastnosti

### 2.3.2.1 Stanovení žárovzdornosti (ČSN EN 993-12)

Žárovzdornost je jedna ze základních vlastností, která vyjadřuje schopnost materiálu odolávat působení vysokých teplot, aniž dochází k jeho tavení. Žároměrky, které mají tvar trojbokého, šikmého komolého jehlanu s ostrými

hranami, se zahřívají předepsanou rychlostí až na takovou teplotu, při které se dotknou podložky. Předepsaná rychlost nárůstu teploty a rovnoměrnost ohřevu se kontroluje pomocí měřících termočlánků. Atmosféra v peci musí po celou dobu provádění zkoušky obsahovat volný kyslík. Referenční i zkušební žároměrky se umisťují na podložky, které musí být rovné a rovnoběžné, přičemž tvar podložek může být pravoúhlý nebo kulatý. Žároměrky se k podložkám připevňují pomocí tmelů, které musí být po celou dobu zkoušky nereaktivní, ať už se žároměrkami referenčními, tak i se žároměrkami zkušebními. Příprava zkušebních žároměrek spočívá ve vyříznutí požadovaného tvaru z větších kusů materiálu. V případě, kdy se žároměrky nemohou vyříznout, se připravují formováním z rozemletého materiálu, to se především týká zrnitých a práškových materiálů.

Stanovení žárovzdornosti se provádí porovnávací metodou, proto se současně zahřívají zkušební i referenční žároměrky. Žárovzdornost se tedy určuje ze žároměrné shody zkušební a laboratorní žároměrky. Vyjadřuje se číslem příslušné laboratorní žároměrky, se kterou se zkušební žároměrka současně dotkla podložky. Žároměrky jsou označovány referenčními čísly, přičemž jejich teplota žároměrné deformace odpovídá desetinasobku jejich referenčních čísel. Hodnota žárovzdornosti závisí na druhu a zrnitosti jednotlivých minerálů ve zkoušené surovině a také na rychlosti vzestupu teploty, proto se vzestup teploty pečlivě sleduje. Běžná hodnota žárovzdornosti pro dinasové materiály se pohybuje okolo teploty 1700 °C. Tato zkušební metoda je popsána v normě ČSN EN 993-12.



Obr. 2 Tvar a rozměry žároměrek [8.]



Obr. 3 Žároměrky po výpalu [12.]

### 2.3.2.2 Stanovení pevnosti v ohybu za zvýšené teploty (ČSN EN 993-7)

Podstatou zkoušky je rovnoměrné zatěžování zkušebních tělísek tříbodovým ohybem v peci při zvýšené teplotě a zjištění při jaké síle dojde k jejich porušení. Vzorky musí být před zkouškou dokonale zahřáté na požadovanou teplotu a to tak, aby se dosáhlo rovnoměrného rozložení teplot v celém zkušebním vzorku. V dnešní době je tato metoda stále častěji upřednostňována oproti stanovení ohybové pevnosti za pokojových teplot, protože výsledky získané při měření za zvýšených teplot mají větší vypovídající hodnotu.

Zatěžovací zařízení se skládá ze tří břitů, přičemž jeden břit slouží jako zatěžovací a zbylé dva jsou podpěrné. Úprava břitů musí být taková, aby poloměr jejich zakřivení vykazoval hodnotu  $(5 \pm 1)$  mm. Pro normová zkušební tělesa-pravoúhlé hranoly se čtvercovým průřezem o délce hrany  $(25 \pm 1)$  mm a délce 150 mm se používají podpěrné břity ve vzdálenosti  $(125 \pm 2)$  mm. Zatěžovací břit je umístěn v polovině této vzdálenosti, přesně mezi oběma podpěrnými břity. Pece, ve kterých se tato zkouška provádí, mohou být buď periodické anebo kontinuální. Přičemž v obou případech se požaduje vzdušná atmosféra. Po dosažení požadované teploty, se provádí předepsaná časová výdrž. Poté se zkušební tělesa umístí na podpěrné břity a provede se jejich zatěžování tlakem, který se konstantně zvyšuje, až do okamžiku lomu.

Navzdory tomu, že při vyšších teplotách vznikají prokazatelně nepružné deformace žárovzdušných materiálů, výpočet pevnosti v ohybu vychází z předpokladu, že tělesa se chovají pružně a pro výpočet se používají vzorce odvozené pro zkoušky při pokojové teplotě. [4.]

$$\sigma_f = \frac{3}{2} \cdot \frac{F_{max} \cdot L_s}{b \cdot h^2} \quad [MPa]$$

#### Legenda:

$F_{max}$  ...nejvyšší zatížení působící na zkušební těleso [N]

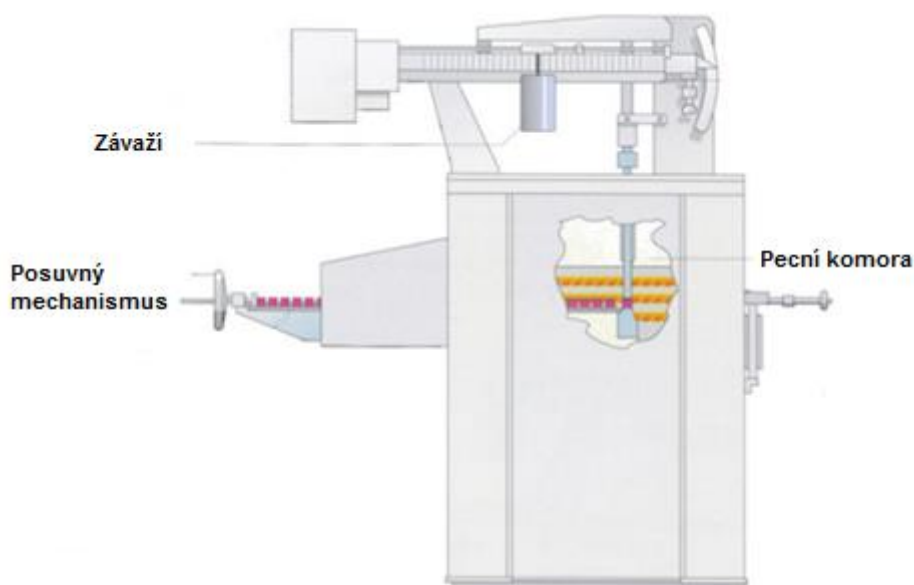
$L_s$  ...vzdálenost podpěr [mm]

$b$ ...šířka zkušebního tělesa [mm]

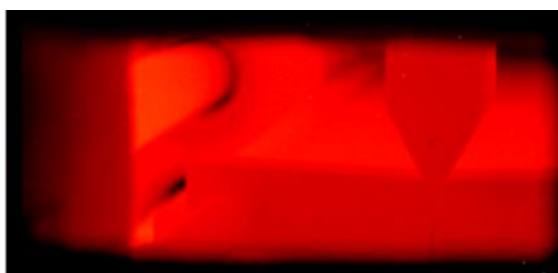
$h$ ...výška zkušebního tělesa [mm]

Stanovení pevnosti v ohybu při vysokých teplotách je důležité pro posouzení jakosti žárovzdorných materiálů, a proto jsou výsledky z těchto zkoušek nezbytné pro posouzení jejich chování při reálném použití. Závislost pevnosti na rostoucí teplotě vykazuje u většiny hutných materiálů klesající charakter.

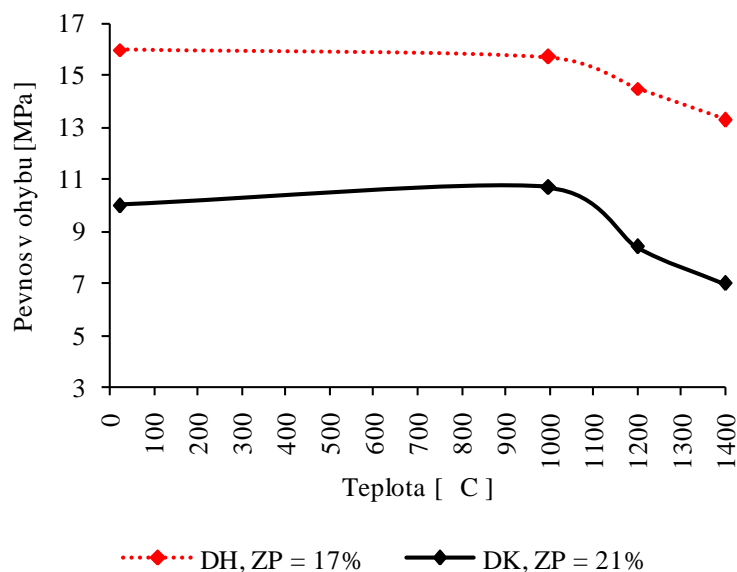
Z výsledků zkoušek pevnosti v ohybu za vysokých teplot lze také částečně usuzovat, jakou budou mít zkoušené vzorky odolnost vůči abrazi. Výsledky totiž indikují pevnost mezizrnné vazby materiálu v žáru a tím i odolnost kamenů proti abrazi v reálných podmínkách provozu. [11.]



Obr. 4 Schéma přístroje pro měření pevnosti v ohybu za zvýšené teploty [12.]



Obr. 5 Měření pevnosti v ohybu v praxi [12.]

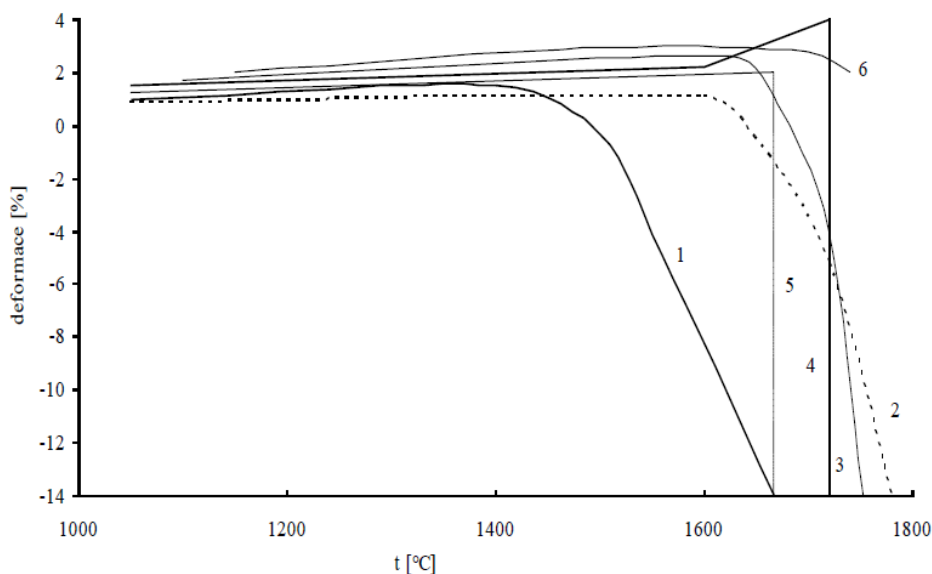


Obr. 6 Stanovení pevnosti v ohybu za zvýšené teploty na vzorcích dinasu [11.]

### 2.3.2.3 Stanovení únosnosti v žáru (ČSN EN 993-8)

Při stanovení únosnosti v žáru sledujeme deformaci zkušební tělesa, které zahříváme předepsanou rychlostí dle ČSN EN 993-8 při konstantním zatížení. Z této zkoušky lze tedy určit schopnost materiálu snášet zatížení při vysokých teplotách.

Zkouška se provádí na válečcích, které mají výšku i průměr 50 mm a jsou vybroušeny ze zkoušeného materiálu. Uprostřed každého vzorku je vyvrtán otvor o průměru 12–13 mm. Zabroušení zkušebních válečků musí být takové, aby jejich podstavy byly vzájemně rovnoběžné. Při zkoušce sledujeme teplotu, při které nastane předepsané stlačení nebo dojde k rozrušení zkušební tělesa. Z teploty počátku měknutí můžeme usuzovat maximální teplotu použití při jednostranném namáhání vysokou teplotou. Teplotu deformace ovlivňuje mineralogické a chemické složení, zrnitost, struktura a také pórovitost. Nárůst teplot musí probíhat předepsanou rychlostí, protože s rychlejším nárůstem teplot bychom získali větší deformační teploty. Průběh deformace se u jednotlivých materiálů liší, například u šamotu dochází k pomalému poklesu pevností. Naopak u výrobků z dinasu je pokles pevností náhlý.



1. šamot, 2. silimanit, 3. chrommagnezit, 4. sklářský dinas, 5. koksárenský dinas, 6. magnezichrom

Obr. 7 Teploty deformace žárovzdorných výrobků [1.]

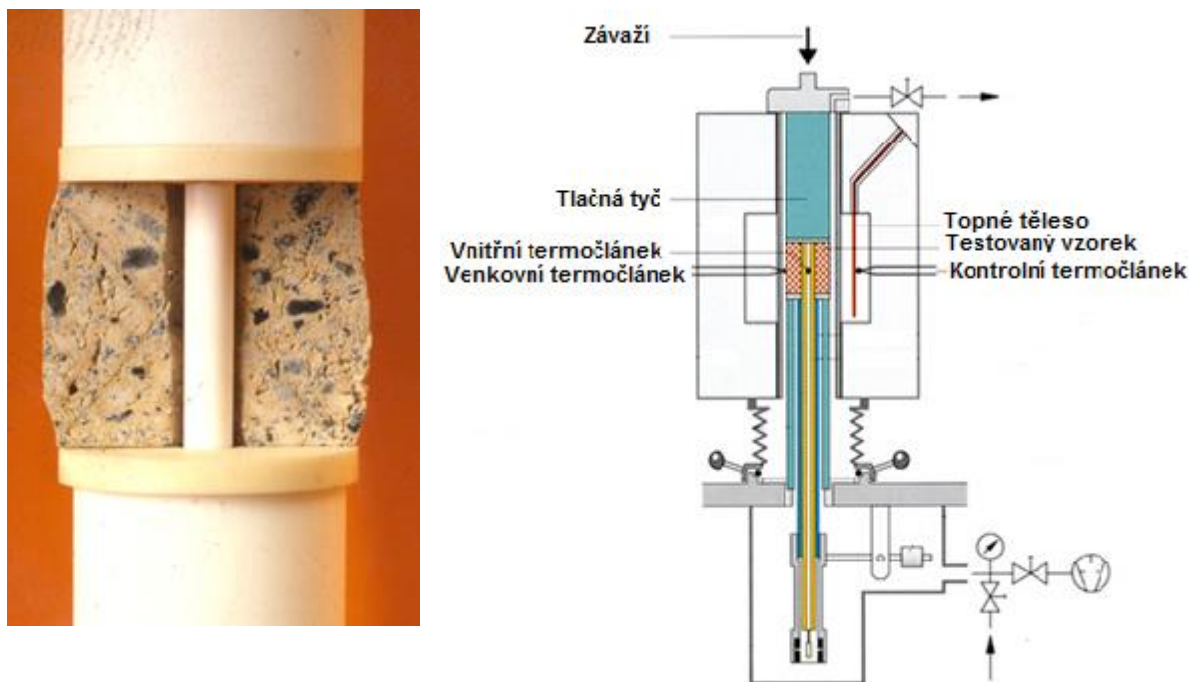
#### 2.3.2.4 Stanovení tečení za vysokých teplot (ČSN EN 993-9)

Tečení za vysokých teplot souvisí se zkouškou únosnosti v žáru. Sledujeme deformace v závislosti na čase při konstantním tlaku a při konstantní teplotě. Průběh deformace se zaznamenává a poté se vyhodnotí procentuální změna jako funkce času. Velikost tlaku bývá nižší, než je pevnost materiálu a teplota nižší než teplota tavení.

Zatížení na těleso musí působit v jeho ose, proto musí být zkušební válečky o průměru a výšce  $50 \pm 5$  mm přesně vyříznuty nebo zabroušeny. Po výšce celého zkušebního tělesa je vyvrtán otvor o průměru 12–13 mm. Rovinnost podstav se ověřuje například pomocí razítkovací barvy, kdy každá z podstav musí vytvořit stejný otisk. Osa zkušebního tělesa by měla odpovídat směru tlaku při lisování, v opačném případě musí být jasně uvedený směr, ve kterém se zkouška bude provádět. Napětí se do vzorku vnáší pomocí tlačné tyče, přičemž pro hutné výrobky se požaduje tlakové napětí 0,2 MPa a pro izolační výrobky 0,05 MPa. Při nastavování hodnoty tlaku se musí zohlednit hmotnost tlačné tyče. Nárůst teplot v peci se sleduje pomocí měřících termočlánků a měl by se pohybovat mezi 4,5 až  $5,5 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ . Během zkoušky se maximálně v intervalu 5 minut zaznamenává teplota ve středu tělesa a provádí se odečet délky tělesa. Při zaznamenání prvních deformací se tento interval měření zkracuje na 15 sekund. Měření se provádí až do dosažení požadované teploty,



anebo do doby, než stlačení zkušebního tělesa přesáhne 5 % jeho původní výšky. Základní doba trvání zkoušky je 25 hodin. Změnu výšky registruje vhodný měřicí přístroj např. číselníkový úchylkoměr nebo délkový snímač připojený na automatický registrační systém. Přesný postup stanovení tečení v tlaku je uveden v normě ČSN EN 993-9. Z průběhu zkoušky můžeme usuzovat, jak se bude vyzdívka z daného materiálu chovat při určité teplotě a určitém zatížení.



Obr. 8 Řez zkušebním vzorkem a schéma přístroje [12.]

### 2.3.2.5 Stanovení odolnosti proti náhlým změnám teploty (ČSN EN 993-11)

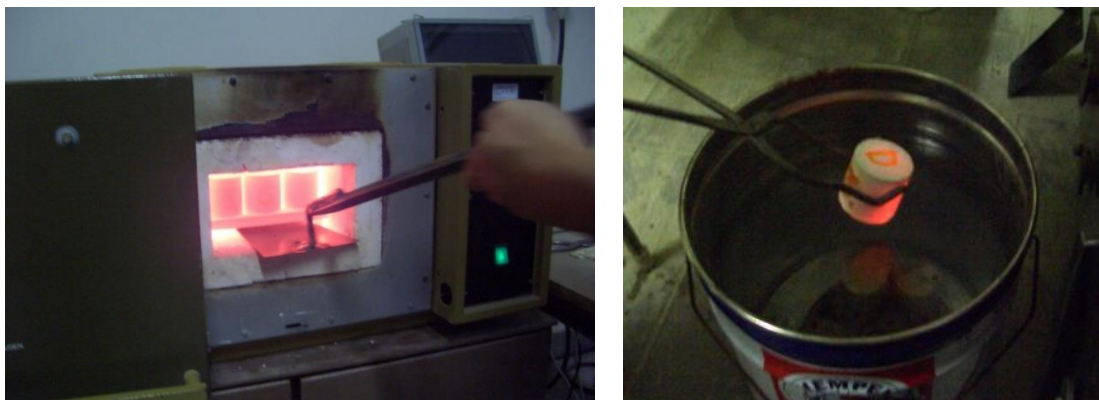
Vyjadřuje schopnost materiálu odolávat náhlým změnám teplot, náhlého ohřátí nebo ochlazení. Čím je tato změna rychlejší, tím hůře jí materiál odolává. Odolnost proti změnám teploty je důležitá hlavně pro materiály, které se používají v periodických zařízeních, anebo pro pálicí pomůcky, často je to také jeden z hlavních faktorů, který ovlivňuje použití daných materiálů. Namáhání je způsobeno napětím, které vznikne v důsledku teplotního rozdílu mezi středem a povrchem tělesa. Hlavními faktory ovlivňující odolnost proti náhlým změnám jsou rozměry tvarovek, podmínky při ohřevu a chlazení a také samotné materiálové vlastnosti. Materiály, které mají nízký součinitel délkové roztažnosti, těmto změnám teplot odolávají lépe, neboť jsou vystaveny menšímu pnutí v důsledku jejich menších délkových změn.

Při náhlé změně teploty vznikají v různých částech těles různé druhy napětí. Během chlazení jsou vnější vrstvy namáhané tahem, přičemž střed tělesa je

namáhán tlakem. Při ohřevu je tomu naopak, střed tělesa je namáhán tahovým napětím a povrchové vrstvy tlakovým napětím.

Stanovení odolnosti proti náhlým změnám se provádí dle postupu, který je uveden v ČSN EN 993-11. Zkušební vzorky se nejprve temperují na teplotu 250 až 300 °C a poté se umísťují do pece, která je předem vyhřátá na teplotu  $(950 \pm 25)$  °C. Vzorky jsou v peci tak dlouho, dokud nejsou rovnoměrně zahřáté. Poté se vzorky chladí proudem stlačeného suchého vzduchu o pokojové teplotě po dobu 5 minut. Následně se vzorky podrobí ohybovému napětí  $(0,3 \pm 0,05)$  MPa a pokud se tělesa při této zkoušce neporuší, tak se opět umístí do vyhřáté pece a celý cyklus se opakuje. Výsledkem je počet zchlazovacích cyklů, které zkušební těleso vydrželo před porušením.

Dříve se běžně pro stanovování odolnosti proti náhlým změnám teploty používala německá norma DIN 51068-1. Kde se jako zkušební tělesa využívaly válečky o průměru 50 mm, které se cyklicky ohřívaly na teplotu 950 °C a následně se chladily vodou.



*Obr. 9 Ohřátí vzorku a jeho následné ochlazení dle DIN 51068-1*

#### **2.3.2.6 Stanovení součinitele délkové teplotní roztažnosti**

Součinitel teplotní roztažnosti je definován, jako změna délkové jednotky zkoušeného tělesa při změně teploty o 1 K. Tedy v důsledku změny teploty dochází i ke změně rozměrů vzorků. S rostoucí teplotou rostou i rozměry, to je dáno především tím, že v důsledku zvyšování tepelné energie dochází k zvětšování vzdáleností mezi atomy. Zkoušky se provádějí na vzorcích, které nejsou nijak zatíženy a probíhají za stálého tlaku. Pomocí hodnoty součinitele teplotní roztažnosti můžeme vypočítat velikost potřebných dilatačních spár ve vyzdívce. Například výrobky z dinasu jsou rozměrově velmi stálé při teplotách 600-1400 °C

Stanovení součinitele délkové teplotní roztažnosti se provádí pomocí dilatometru, což je zařízení skládající se z pece, do které se ukládá zkoušený vzorek a z měřicího zařízení, které je spojeno se vzorkem pomocí přenosové tyče. Vzhledem k tomu, že vzorek a přenosová tyč jsou zahřívány společně, musí se pro výpočet délkové roztažnosti zkoušeného vzorku zohlednit i délková roztažnost tyče.

Koeficient délkové teplotní roztažnosti  $\alpha$  se vypočítá podle následujícího vztahu:

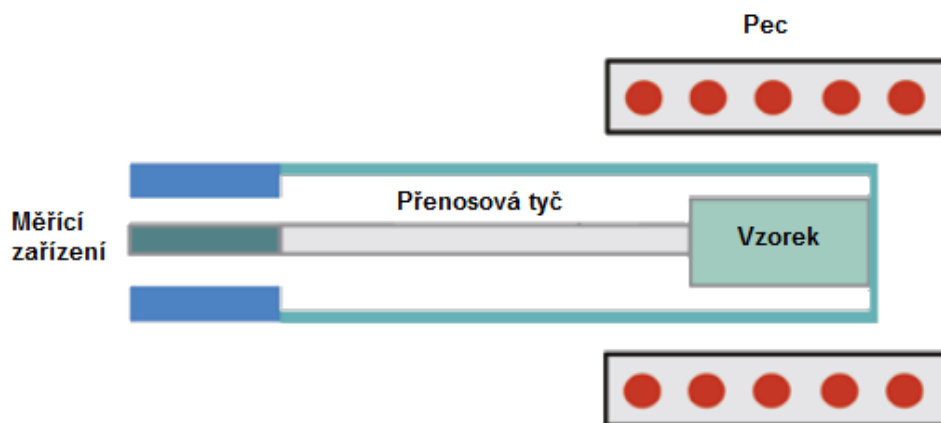
$$\alpha = \frac{\Delta l}{l_0 \cdot \Delta t}$$

**Legenda:**

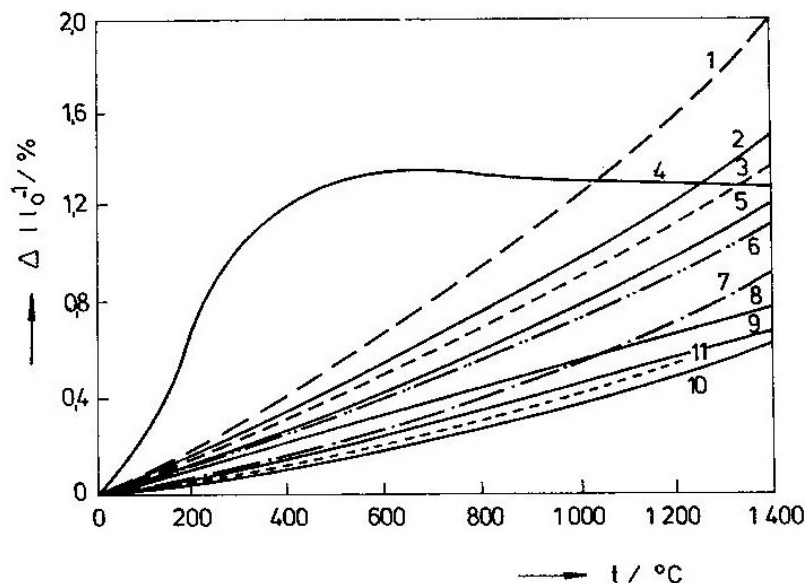
$\Delta l$ ... délková změna tělesa pro dané teplotní rozmezí

$l_0$ ... původní délka tělesa

$\Delta t$ ...nárůst teploty



Obr. 10 Schéma tyčového dilatometru [12.]



1. magnezit, 2. chrommagnezit, 3. chromit, 4. dinas, 5. stabilní oxid zirkoničitý, 6. korund-  $\text{Al}_2\text{O}_3$  99 %, 7. korund-  $\text{Al}_2\text{O}_3$  90 %, 8. šamot, 9. materiály s vysokým obsahem Al, 10. zirkon, 11. karbid křemíku

Obr. 11 Závislost lineární roztlačnosti žárovzdorných materiálů na teplotě  $t$  [28.]

### 2.3.2.7 Stanovení trvalých délkových změn v žáru (ČSN EN 993-10)

Od žárovzdorných materiálu se všeobecně požaduje co největší rozměrová stálost při dlouhodobém působení vysokých teplot. Změny rozměrů mohou při vysokých teplotách probíhat i u již vypálených materiálů a to vlivem smršťování v důsledku slinování anebo nárůstem v důsledku fázových přeměn. [3.]

Hodnoty délkových změn je důležité znát především při navrhování vyzdívek, protože při smršťování vyzdívky dochází ke zvětšování spár, zatímco v případě kdy se u materiálu zvětšuje objem, může dojít ke vzniku nadměrného napětí vyzdívice. Zvýšení napětí ve vyzdívice může vést až ke změně její geometrie a může tak docházet až k borcení anebo drcení materiálů. Výskyt těchto změn je tedy nežádoucí, a proto musíme znát jejich velikost a také musíme stanovit jejich přípustnou hodnotu.

Zkušební postup stanovení trvalých délkových změn v žáru je uveden v normě ČSN EN 993- 10. Při samotném stanovení se nejprve vyřezou zkušební tělesa pravoúhlého tvaru, která se následně vysuší a v závislosti na zkušební metodě se buď změří jejich rozměry anebo se stanoví jejich objem. Při měření posuvným měřidlem se měření provádí na třech místech, které se označí žárovzdornou barvou nebo malým vrypem, měření se provádí s přesností  $\pm 0,05$  mm. Následně jsou tělesa zahřívána předepsanou rychlostí v peci

s oxidační atmosférou. Po dosažení požadované teploty se provádí teplotní výdrž, která je primárně stanovena na dobu 5 hodin, případně je možné provádět teplotní výdrž 12 nebo 24 hodin. Během této doby se teplota nesmí vychýlit o více než  $\pm 10$  °C. Požadovaná teplota zkoušení se řídí teplotou použití daného výrobku. Poté se pec nechá samovolně chladnout a opět se změří rozměry zkušebních těles, anebo se stanoví jejich objem. Změny mohou nabývat buď kladných hodnot – nárůst, nebo záporných – smrštění.

#### **2.3.2.8 Klasifikační teplota**

Klasifikační teplota je pojem vzniklý po roce 1980. Souvisí bezprostředně s dodatečnými lineárními změnami, tedy se změnami rozměrů tělísek bez zatížení. Je stanovena jako teplota zvýšená o 50 °C, při které zkušební tělísko při všestranném zahřívání v atmosféře vzduchu po dobu 24 hod se lineárně nesmrští více než o danou hodnotu. [6.] Obvykle se jako tato hodnota používá 1,5 nebo 3 %. Proto je nezbytné tuto hodnotu vždy udávat. Z klasifikační teploty však nelze jednoznačně určovat teplotu, při které se může daný materiál používat, protože už při klasifikační teplotě dochází ke značnému smrštění. Proto se běžně tyto materiály používají za nižších teplot.

### **2.3.3 Tepelné vlastnosti**

#### **2.3.3.1 Tepelná vodivost**

Tepelná vodivost je jedna z nejdůležitějších vlastností žárovzdušných materiálů, která ovlivňuje většinu parametrů tepelných procesů. Definuje se jako množství tepla, které projde  $1\text{m}^2$  plochy při teplotním spádu  $1\text{K}\cdot\text{m}^{-1}$ . Značí se  $\lambda$  a jednotkou je  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Tato jednotka představuje množství tepla  $Q$  v joulech [J], které projde za časovou jednotku [s] jednotkovou vrstvou materiálu [m] s jednotkovým průřezem [ $\text{m}^2$ ] při jednotkovém rozdílu teplot [K]. [2.]

Obecně tepelná vodivost závisí na teplotě, objemové hmotnosti, resp. pórovitosti, velikosti pórů, na chemickém a mineralogickém složení, struktuře a textuře tuhé fáze a na plynné fázi zaplňující póry, případně na dalších faktorech.[28.]

### 2.3.3.2 Teplotní vodivost

Teplotní vodivost vyjadřuje intenzitu šíření tepla v materiálu. Teplotní vodivost je tedy nepřímo úměrná měrnému teplu a hustotě. To znamená, že určité množství tepla způsobí o to větší zvýšení teploty daného materiálu, čím menší je jeho měrné teplo a hustota. [8.]

Teplotní vodivost ( $\alpha$ ) lze vypočítat podle vzorce.

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho \cdot c} \quad [m^2 \cdot s^{-1}]$$

**Legenda:**

$\alpha$ ...měrná teplotní vodivost [ $m^2 \cdot s^{-1}$ ]

$\lambda$ ...měrná tepelná vodivost [ $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ ]

$c$ ...měrné teplo [ $kJ \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$ ]

$\rho$ ...objemová hmotnost [ $kg \cdot m^{-3}$ ]

Experimentálně lze teplotní vodivost stanovit pomocí laserové impulzní metody. Metoda spočívá ve vyslání krátkého laserového impulzu s vysokou energií na měřený vzorek ve tvaru tenké destičky o tloušťce obvykle 2-4mm. To vyvolá nárůst její teploty, přičemž se měří vzestup teploty v čase na opačné straně destičky. Tato metoda je nedestruktivní a bezkontaktní, a také patří mezi metody absolutní.

### 2.3.3.3 Měrné teplo

Měrné teplo je definováno jako množství tepla, potřebné k ohřátí jednoho kilogramu látky o 1 K. Často se používá měrné teplo za konstantního tlaku. Měrné teplo je důležité znát z důvodu výpočtů množství tepla potřebného pro ohřátí vyzdívky a pro výpočet akumulace tepla vyzdívky. Měrné teplo je závislé na složení materiálu a teplotě. S rostoucí teplotou roste i měrná tepelná kapacita, většinou zde platí lineární závislost.

$$C_p = \frac{Q}{m \cdot (T_2 - T_1)} \quad [J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}]$$

**Legenda:**

$C_p$ ...měrné teplo při konstantním tlaku [ $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$ ]

$Q$ ...množství tepla potřebného k ohřátí z teploty  $T_1$  na  $T_2$  [J]

$m$ ...hmotnost vzorku [kg]

### 2.3.4 Odolnost proti korozi

Pod pojmem koroze žárovzdorných materiálů se rozumí jejich porušování chemickým nebo fyzickým působením obklopujícího prostředí. K porušování dochází nejčastěji působením tavenin, v menší míře pak plynů, avšak je známo i reaktivní působení pevných látek. Koroze bývá souhrn řady dějů, probíhajících jednak paralelně vedle sebe nebo navazujících na sebe. Jedná se tedy o procesy značně složité a neexistuje zatím možnost jednoduchého výpočtu nebo odhadu odolnosti proti korozi. [6.]

Jedním z možných způsobů jak zabránit nebo spíše snížit působení koroze je správná volba materiálu pecní vyzdívky z hlediska chemické rovnováhy. To je založeno na principu, že kyselé materiály lépe odolávají kyselým taveninám než zásaditým taveninám. A zásadité materiály lépe odolávají zásaditým taveninám než kyselým taveninám. Avšak zde při vysokých teplotách, nelze použít definice kyselosti a zásaditosti, které se používají za normálních teplot. Kdy za kyselé se považují látky s pH nižším než 7 a za zásadité se považují látky s pH vyšším než 7. Při vysokých teplotách jsou za kyselé materiály považovány ty, které mají vyšší obsah  $\text{SiO}_2$  oproti  $\text{CaO}$  a zásadité materiály naopak vyšší obsah  $\text{CaO}$  oproti  $\text{SiO}_2$ . To však neznamená že, při použití správného materiálu se korozi úplně zamezí, avšak dojde tím k značnému omezení korozivních účinků.

Další možností jak zvýšit odolnost vyzdívky proti korozi je vytvoření co možná nejhutnějších materiálů nebo materiálů které mají póry uzavřeny. Tím ztížíme přístup především tekutých tavenin do materiálu vyzdívky. Takže korozní procesy se omezí pouze na vnější povrch vyzdívky. V případě pórovitých materiálů tavenina proniká z horké strany (hot face) na stranu chladnou (cold face) až do místa zvaného freeze plane. V tomto místě je teplota už tak nízká, že tavenina zatuhne. [27.]

Pro určení jak velké korozi bude daný materiál vystaven, byly vyvinuty laboratorní zkoušky. Tyto zkoušky jsou vždy založeny na srovnávání, je tedy nezbytně nutné mít minimálně jeden referenční vzorek. V současnosti je známo více zkoušek pro měření odolnosti proti korozi, a proto je důležité zvolit takovou zkoušku, která bude co nejvíce napodobovat působení, kterému bude materiál vystaven v praxi. Výsledky z těchto zkoušek jsou důležité pro volbu vhodného materiálu pro tvorbu vyzdívky. Vhodným výběrem materiálu

Ize ovlivnit nejen délku výdrže pecní vyzdívky, ale také kvalitu výrobků, které s vyzdívkou přicházejí do kontaktu. Zkoušky lze rozdělit na dvě skupiny, první skupinu tvoří zkoušky stacionární a druhou dynamické. U zkoušek stacionárních je tavenina v klidu, zatímco u zkoušek dynamických se tavenina pohybuje kolem zkoušeného vzorku.

Tavenina na žárovzdorný materiál působí nejčastěji rozpouštěcím procesem, který lze rozlišit na tři základní typy. A to na korozi hladinovou, důlkovou a podhladinovou. Velmi zde záleží na proudění (konvekci) taveniny, které může být volné nebo nucené. Rozpouštění pevné látky v tavenině se skládá z transportu rozpouštědla k povrchu pevné látky, vlastní reakce a transportu produktů reakce od povrchu pevné látky.

Pro zkoušení taveninami se nejčastěji používají tyto zkoušky:

- Trámečková ponořovací zkouška
- Kelímková zkouška
- Modelová pec

#### **2.3.4.1 Trámečková ponořovací zkouška**

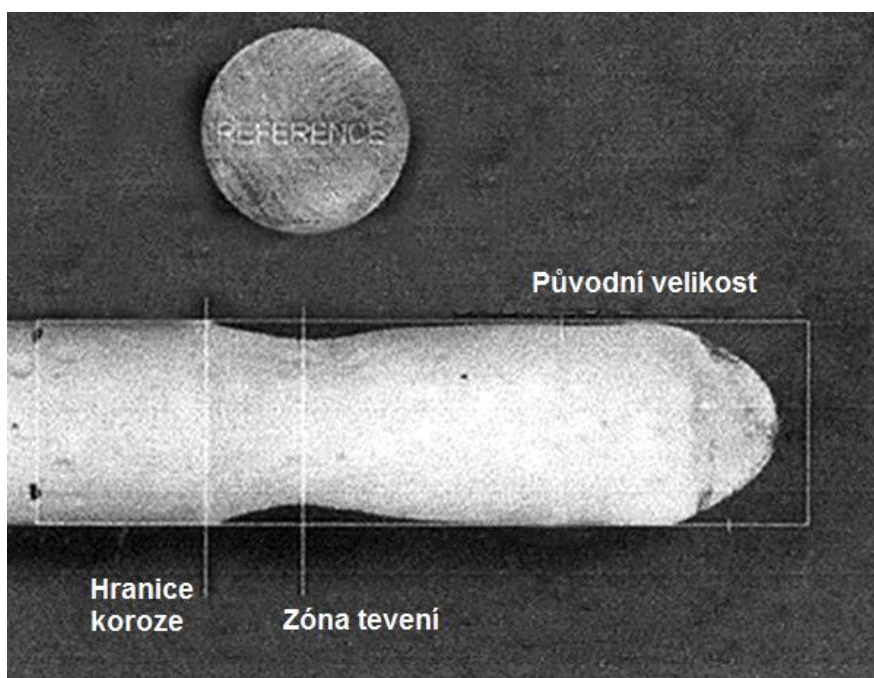
Trámečková ponořovací zkouška spočívá v ponoření zkušební vzorku do agresivní taveniny. Tato zkušební metoda se dále dělí na zkoušku dynamickou, kdy se nádoba s taveninou pohybuje (rotuje) a na zkoušku statickou kde je nádoba nepohyblivá.

Zkoušku lze vyhodnotit třemi různými způsoby, u prvního způsobu se zjišťuje hloubka koroze pomocí měření vzorku před a po zkoušce. U druhého způsobu se stanovuje úbytek vzorku, který se vyjádří buď úbytkem hmotnosti anebo objemem vzorku. U posledního způsobu vyhodnocení se sledují vlastnosti a chemické složení korozního média.





Obr. 12 Detail uchycení trámečku ve zkušebním zařízení

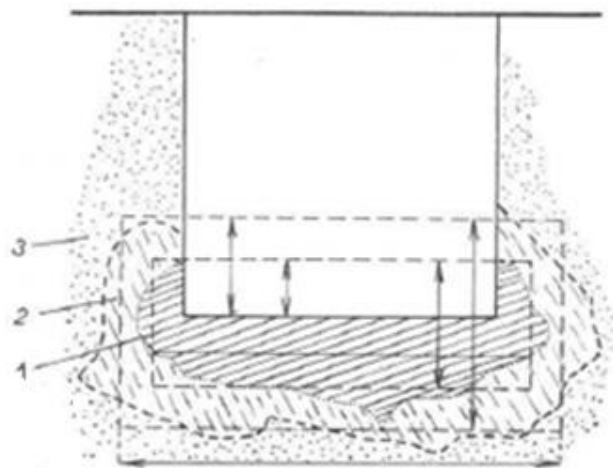


Obr. 13 Vzorek po ponořovací trámečkové zkoušce [14.]

#### 2.3.4.2 Kelímková zkouška

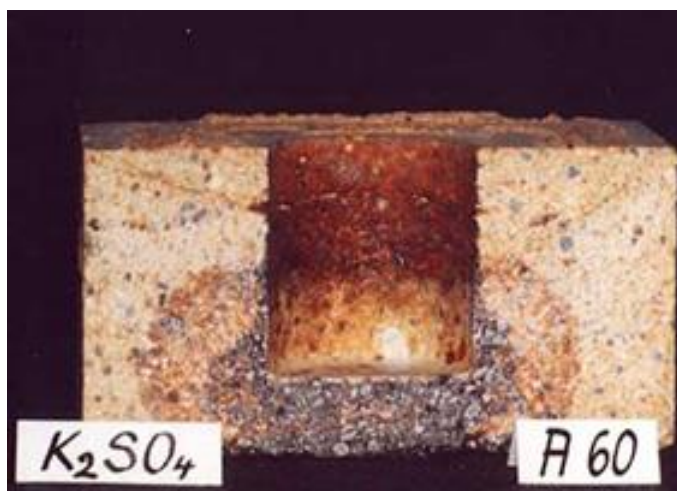
Stacionární kelímková zkouška se provádí tak, že se nejprve do zkušebního žárovzdorného materiálu vyvrtá otvor nebo se přímo zhotoví kelímek, který se poté naplní agresivní látkou. Touto látkou může být sklovina, slínek, alkalické zeminy apod. Na takto připravený vzorek se nechá působit určitý tepelný režim, při kterém je vzorek korodován. Po zkoušce se vzorek rozřeže a na řezu se vyhodnotí odkorodovaná plocha a průnik taveniny dovnitř vzorku.

Dynamická kelímková zkouška probíhá obdobně jako stacionární, jediným rozdílem je, že se před zkouškou do připraveného kelímku vyvrtá ve spodní části otvor, kterým tavenina protéká, a kterou v průběhu zkoušky musíme neustále doplňovat. Vyhodnocení zkoušky je pro obě dvě metody stejné.



1- zkorodovaná plocha řezu, 2- nasáklá plocha řezu, 3- původní materiál

Obr. 14 Schéma zkorodovaného žáromateriálu po kelímkové zkoušce [8.]



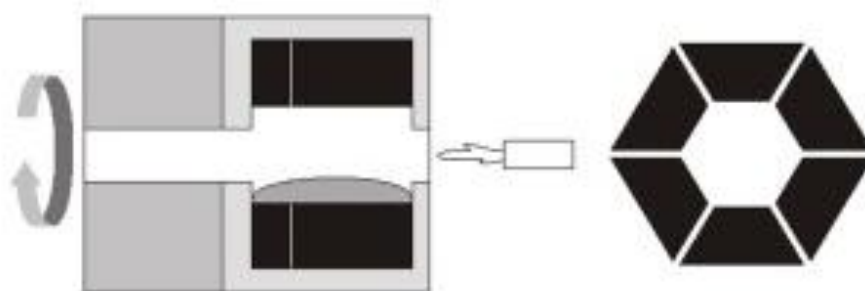
Obr. 15 Vzorek po kelímkové zkoušce

#### 2.3.4.2 Modelová pec

Podstatou této zkoušky je vytvoření menší modelové pece ze zkoušených žárovzdorných materiálů. Vytvořená pec napodobuje průmyslový agregát. Stupeň koroze se vyhodnotí tak, že se proměří hloubka koroze na několika charakteristických místech tvarovky a vypočte se příslušný průměr. Dále se zjišťuje odkorodovaný objem, a to nejčastěji zasypáním vhodným materiálem do úrovně původní stěny a zjištění objemu zásypu, což se nejsnáze provede

vážením. Na řezu zkoušené tvarovky se poté hodnotí hloubka, do které tavenina pronikla. [8.]

Největší výhodou této zkoušky spočívá v tom, že v modelové peci jsou přítomny teplotní spády a proudění, které nejlépe odpovídají skutečným podmínkám.



*Obr. 16 Schéma modelové pece [15.]*

## 2.4 Tepelná vodivost

Tepelná vodivost je jedna z nejdůležitějších vlastností žárovzdorných materiálů, ovlivňuje většinu parametrů tepelných procesů. Definuje se jako množství tepla, které projde  $1\text{m}^2$  plochy při teplotním spádu  $1\text{K}\cdot\text{m}^{-1}$ . Značí se  $\lambda$  a jednotkou je  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Tato jednotka představuje množství tepla  $Q$  v joulech [J], které projde za časovou jednotku [s] jednotkovou vrstvou materiálu [m] s jednotkovým průřezem [ $\text{m}^2$ ] při jednotkovém rozdílu teplot [K]. [2.]

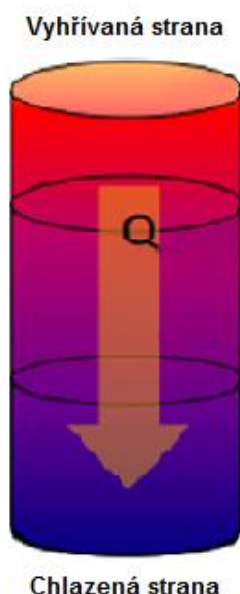
Tepelná vodivost je dána přestupem tepla, které se skládá z těchto složek:

- Vedení tuhou fází  $\lambda_S$
- Vedení a proudění plynné fáze  $\lambda_G$
- Radiace  $\lambda_R$

$$\lambda = \lambda_S + \lambda_G + \lambda_R$$

Obecně tepelná vodivost závisí na teplotě, objemové hmotnosti, resp. pórovitosti a velikosti pórů, na chemickém a mineralogickém složení, struktuře a textuře tuhé fáze a také na plynné fázi zaplňující póry, a případně na dalších faktorech. [28.]

Největší problémy v měření součinitele tepelné vodivosti spočívají v měření tepelného toku. Jsou dvě možnosti jak toto měření provést. Zprvė lze měřit tepelný tok napřímı, to se provádí tak, že se měří množství elektrické energie, které proudí do topného tělesa. Druhý způsob měření probíhá nepřímı, tedy porovnáním se známým vzorkem. Z toho vychází i pojmenování této metody, která se nazývá srovnávací. V obou případech tepelný tok musí proudit skrz vzorek pouze v jedné (axiální) ose. Jak je znázorněno na obrázku 17. Proto je velmi důležité, aby se co nejvíce minimalizovaly tepelné ztráty nebo zisky v radiální ose. K tomu se často využívají pomocné izolace, kterými se vzorky obalují. Avšak při zvýšených teplotách se účinnosti těchto opatření snižují a stávají se tak neefektivními. Proto se alespoň snažíme dosáhnout toho, aby izolace měla stejný teplotní spád jako námi měřený vzorek, čímž se minimalizuje tepelný tok v radiálním směru. [23.]



Obr. 17 Znáznornění směru tepelného toku vzorkem [23.]

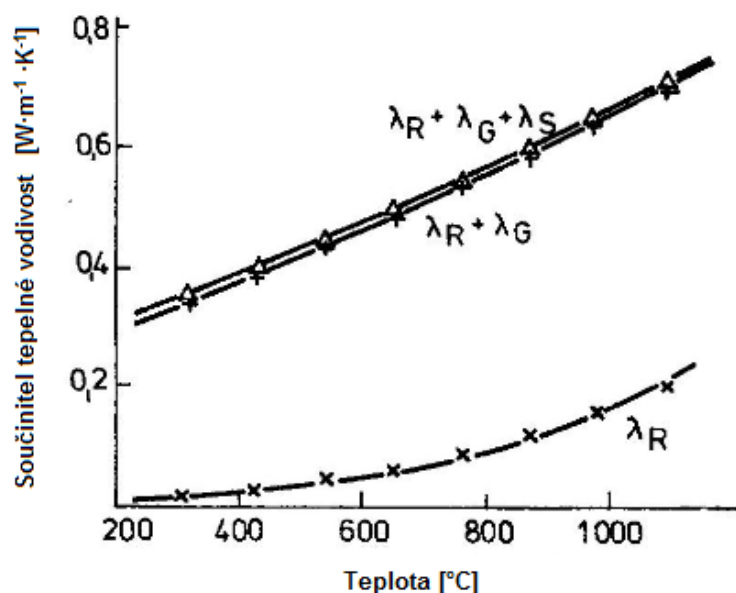
Dalším důležitým parametrem je velikost vzorků, ta je ovlivněna především velikostí tepelné vodivosti. Protože pokud vzorek vykazuje velkou teplotní vodivost tak je vhodné, aby byl co možná nejdelší v měřeném směru. Vzorky tak mají nejčastěji tvar válce. Oproti tomu, se u vzorků s nízkou teplotní vodivostí používají vzorky tvaru disků. Důvodem je, aby se v případě vzorků s vysokou vodivostí vytvořil dostatečně velký teplotní spád, který jsme u vzorků s nízkou tepelnou vodivostí schopni dosáhnout už i při nižších tloušťkách. Při použití takovýchto vhodných vzorků jsou také minimalizovány boční ztráty.

Na stanovení tepelné vodivosti se používají různé metody, které se poté ještě dále dělí. Princip však zůstává stále stejný a to takový, že stanovování tepelné vodivosti spočívá v měření tepelného toku a rozdílu teplot. Základní dělení je tedy na stacionární a nestacionární. Při metodách stacionárních, zkoušeným vzorkem prochází konstantní tepelný tok, zatímco u nestacionárních metod se tepelný tok s časem mění. Mezi stacionární metody patří metoda chráněné tepelné desky, metoda měřidla tepelného toku, metoda válce a metoda koule. Mezi nestacionární metody patří metoda topného drátu a záblesková metoda.

## 2.4.1 Faktory ovlivňující tepelnou vodivost

### 2.4.1.1 Závislost součinitele tepelné vodivosti na teplotě

Součinitel tepelné vodivosti  $\lambda$  s rostoucí teplotou obvykle roste. To je způsobeno tím, že se zvýšenou teplotou se zvýší kinetická energie molekul v základní látce a zvyšováním teploty se zvyšuje součinitel přestupu tepla v pórech a intenzita sálání. Přestup tepla sáláním neboli radiací se s rostoucí teplotou zvyšuje obvykle až s třetí mocninou, tudíž má největší vliv na zvyšování tepelné vodivosti. Nárůst přestupu tepla vedením tuhou fází a vedením a prouděním plynné fáze nebývá příliš významný. Z toho vyplývá, že nárůst tepelné vodivosti s teplotou je tím výraznější, čím více se uplatňuje přenos tepla radiací, tj čím více je materiál pórovitější, obzvláště se to projevuje u vláknitých materiálů.

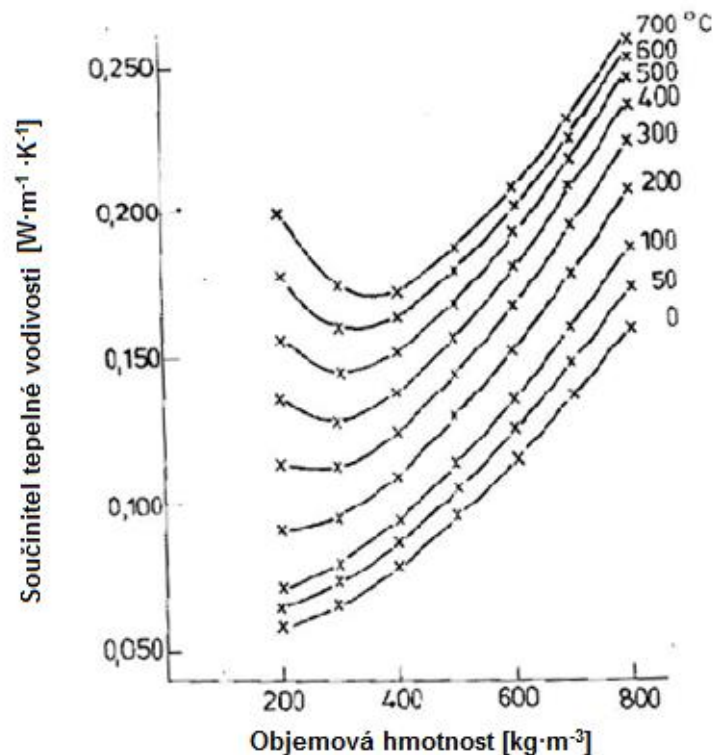


$\lambda_S$  Vedení tuhou fází,  $\lambda_G$  Vedení a proudění plynné fáze,  $\lambda_R$  Radiace

Obr. 18 Závislost součinitele tepelné vodivosti a složek vedení tepla na teplotě [28.]

### 2.4.1.2 Závislost součinitele tepelné vodivosti na objemové hmotnosti

Optimální hodnota objemové hmotnosti, při které má daný materiál nejnižší tepelnou vodivost, se pro různé teploty liší. Pro vyšší teploty jsou vhodnější materiály s vyšší objemovou hmotností než materiály s nižší, i když jsou stejného mineralogického složení. Proto je vhodné v pecních vyzdívkách pro dané teplotní rozmezí používat materiály s přesně danou objemovou hmotností, které by při použitých teplotách vykazovaly minimální součinitel tepelné vodivosti. [28.]

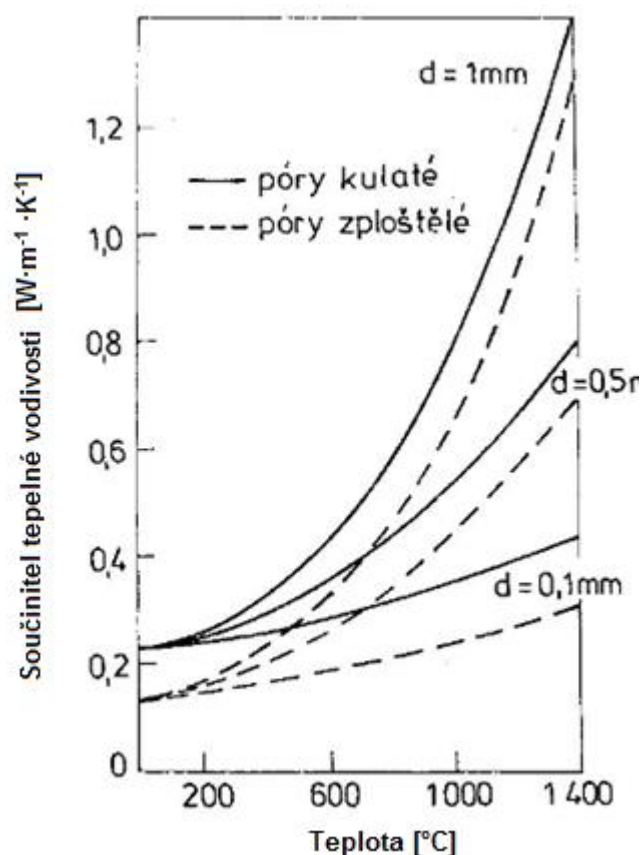


Obr. 19 Závislost součinitele tepelné vodivosti na objemové hmotnosti při různých teplotách [28.]

#### 2.4.1.3 Závislost součinitele tepelné vodivosti na velikosti pórů

Důležitou vlastností, která ovlivňuje tepelnou vodivost, je také rozměr jednotlivých pórů. Protože při shodné pórovitosti tepelná vodivost klesá spolu s klesajícím rozměrem póru. To je způsobeno tím, že daný podíl pórovitosti je rozdělen více přepážkami, takže tyto jemné póry a trhlinky na kontaktech zrn zpomalují tepelný tok, zatímco velké póry kladou menší odpor proti tepelnému toku. Přítomnost různě velkých pórů může vést k tomu, že materiál s vyšší pórovitostí a větším průměrem pórů má při vyšších teplotách větší měrnou tepelnou vodivost. [28.]





Objemová hmotnost  $\rho=500 \text{ kg m}^{-3}$  a velikost pórů  $d=0,1$  až  $1 \text{ mm}$

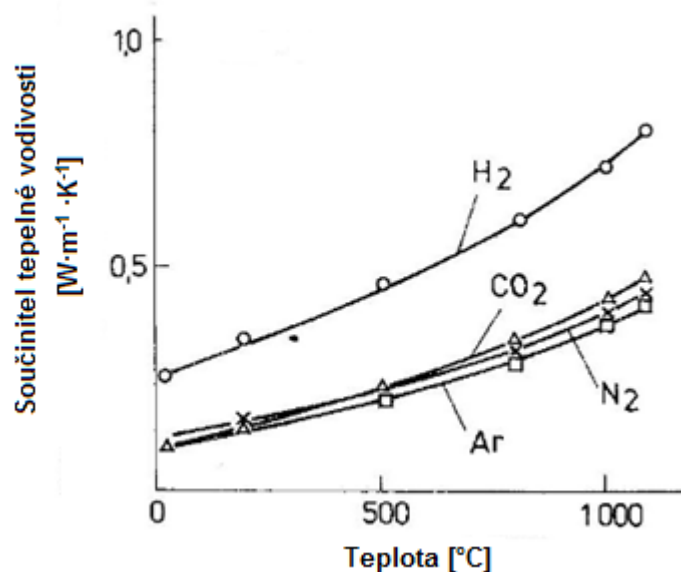
Obr. 20 Závislost součinitele tepelné vodivosti na teplotě a velikosti pórů [28.]

#### 2.4.1.4 Závislost součinitele tepelné vodivosti na plynné fázi, která zaplňuje póry a mezery

Dalším faktorem ovlivňujícím tepelnou vodivost především u izolačních materiálů je druh plynné fáze vyplňující pórový systém. Tento jev se vyskytuje převážně u izolačních materiálů, protože v izolačních materiálech bývají většinou přítomny otevřené póry.

Tepelná vodivost různých plynů se od sebe navzájem liší, například vodík vykazuje 7 až 8krát vyšší vodivost než vzduch. I zde však také hraje důležitou roli teplota, protože například tepelná vodivost vodní páry vykazuje při teplotách nad  $500 \text{ °C}$  o 30 až 100 % vyšší hodnoty oproti normálním teplotám. [28.]





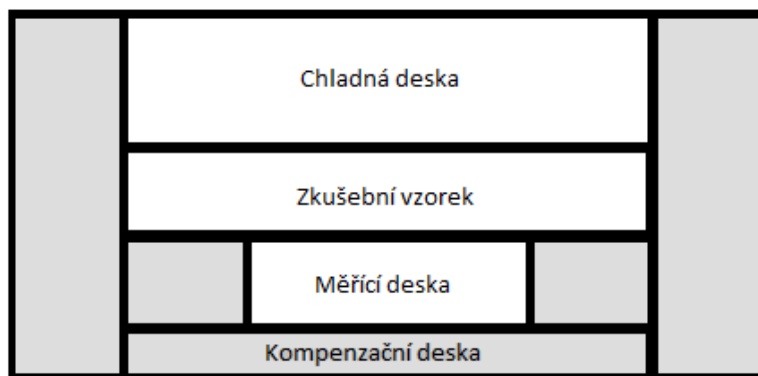
Obr. 21 Závislost součinitele tepelné vodivosti na teplotě pro různé plyny [28.]

## 2.4.2 Metody měření součinitele tepelné vodivosti na tvarových materiálech

Měření součinitele tepelné vodivosti se může provádět jak za normálních teplot, tak za teplot zvýšených. Pro měření za zvýšených teplot jsou přístroje vybaveny pecemi, ve kterých se měřené vzorky ohřívají na požadovanou teplotu. Samotné měření probíhá až po dosažení homogenní teploty v celém zkušebním vzorku.

### 2.4.2.1 Metoda chráněné teplé desky

Tato metoda je určena pro měření materiálů deskovitého tvaru, většinou se jedná o vzorky izolačních materiálů. Měřený vzorek, který bývá oproti jiným metodám většinou větších rozměrů, se umísťuje mezi vyhřívanou a chlazenou desku. Měřicí deska je pro zabránění unikům tepla zabudována do desky kompenzační. Kompenzační deska proto musí být vytápěna na stejnou teplotu jako deska měřicí. Při dosažení stejné teploty tak může tepelný tok procházet pouze skrze vzorek směrem k chladicí desce. Toto měření patří mezi metody absolutní, takže pro výpočet tepelné vodivosti potřebujeme mimo jiné znát tloušťku materiálu, teplotní spád a množství tepla, které se spotřebovává k vyhřívání měřicí topné desky.



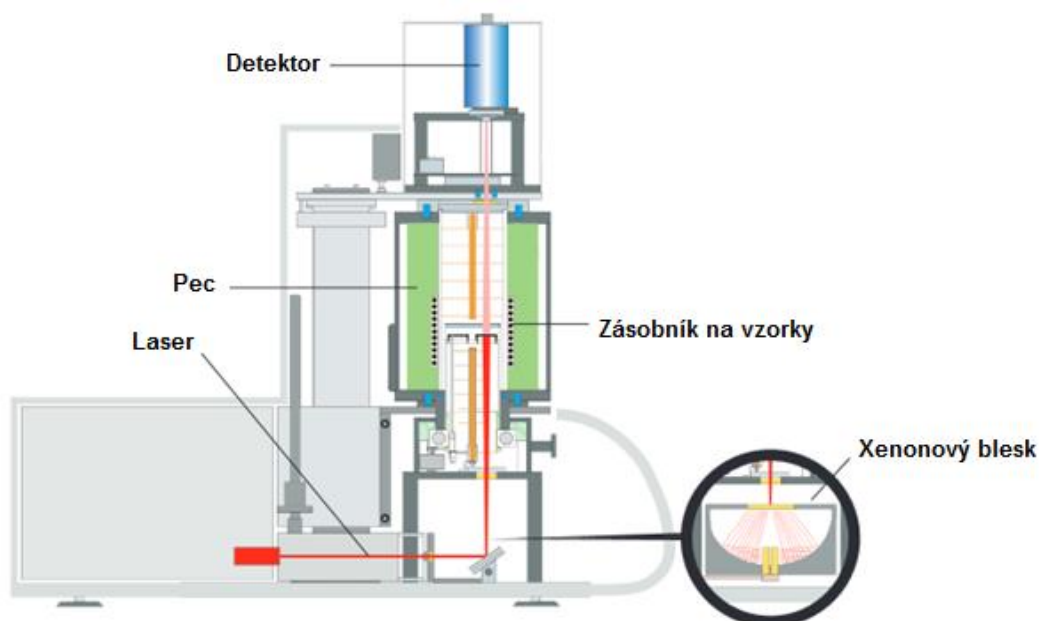
Obr. 22 Schéma měřícího zařízení

#### 2.4.2.2 Záblesková metoda

V posledních letech se tato metoda stává stále populárnější, je to především z důvodu vysoké přesnosti (odchylka  $\pm 5 \%$  pro měření tepelné vodivosti) a opakovatelnosti tohoto měření a také jeho rychlosti. Další nespornou výhodou je, že pro měření stačí vzorky o malé velikosti a také to, že tato metoda je nedestruktivní a bezkontaktní. Touto metodou lze provádět měření v rozsahu teplot  $-125 \text{ }^{\circ}\text{C}$  až do  $2800 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . Přičemž pro měření za zvýšených teplot jsou měřicí přístroje vybaveny pecemi, ve kterých se vzorky zahřívají na požadovanou teplotu a ve kterých také probíhá samotné měření. Touto metodou lze stanovovat teplotní vodivost, měrné teplo, a pokud známe hustotu vzorku tak můžeme určit i tepelnou vodivost ( $\lambda = a \cdot c_p \cdot \rho$  [ $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ]).

Principem metody je zahřívání jedné strany vzorku diskovitého tvaru pomocí krátkého laserového nebo xenonového impulsu. Absorbované teplo postupně prostupuje vzorkem a způsobuje nárůst teploty na druhé straně vzorku, který je měřen pomocí vysokorychlostního infračerveného detektoru, který je schopen měřit teplotu na téměř celém povrchu spodní části vzorku. Díky tomu jsou omezeny chyby měření vyvolané případnou nehomogenitou vzorku. Při měření za vysokých teplot jsou tyto senzory chlazené tekutým dusíkem.

Xenonové přístroje oproti laserovým snižují náklady na provoz, vyžadují také méně údržby a přitom dosahují stejně kvalitních výsledků. Xenonový záblesk je díky optickému systému rovnoměrně rozptýlen po celé ploše testovaného vzorku. Díky tomuto optickému uspořádání kdy je ozářena celá plocha vzorku, je přístroj schopen minimalizovat chyby měření vzniklé nehomogenitou vzorku. [12.]



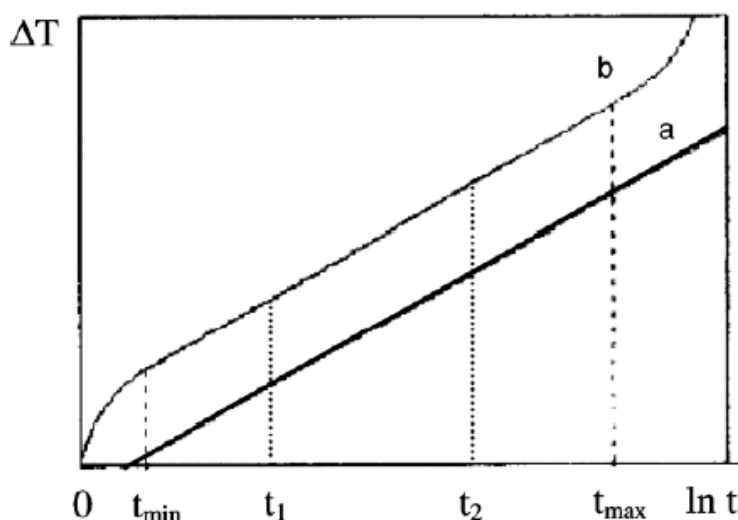
Obr. 23 Schéma měřícího zařízení [12.]

#### 2.4.2.3 Metoda topného drátu

Pro měření keramických materiálů byla tato technika poprvé použita v roce 1960. Když W. E. Haupin určil tepelnou vodivost vzorku tím, že do něj vložil liniový zdroj tepla, který se skládal z termočlánku, který byl vyhříván elektrickým proudem. Termočlánek sloužil jako tepelný zdroj i jako tepelný senzor. Z této zkoušky vycházejí dnešní evropské normy. [24.]

Matematický model této metody je založen na předpokladu, že topný drát je ideální (o nulové hmotnosti a nulové tepelné kapacitě), nekonečně dlouhý a tenký (průměr rovný nule) tepelný zdroj, který je dokonale obklopen měřeným materiálem. Necháme-li procházet konstantní elektrický proud drátem, tak dojde k odpovídajícímu nárůstu tepla ve vzorku za čas v odpovídající vzdálenosti od zdroje tepla. V teoretickém modelu je teplotní nárůst logaritmicky závislý na čase. V praxi se k nekonečnému lineárnímu zdroji snažíme přiblížit tenkým odporovým drátem, přičemž nekonečný vzorek je nahrazen konečným. Porovnání ideální (teoretické) křivky a skutečné křivky je znázorněno na obrázku 24. Nelinearita v první části skutečné křivky je způsobena odporem mezi drátem a vzorkem a také tepelnou kapacitou drátu. Na koci křivky je odchylka způsobena tím, že skutečný vzorek není nekonečný, tím dojde k tomu, že teplo které se dostane na povrch vzorku, je ovlivňováno tepelnou výměnou mezi vzorkem a

okolím. Střední části grafu, kde teoretická i skutečná křivka mají stejný průběh, se využívá pro stanovování tepelné vodivosti. Z toho také vychází časové omezení pro měření vzorku, kdy počáteční část křivky musíme ve výpočtu zanedbat (stanovení  $t_{\min}$ ) a zároveň doba trvání zkoušky nesmí překročit  $t_{\max}$ . Dalším důležitým parametrem pro správnost měření je vytvoření co nejlepšího kontaktu mezi drátem a vzorkem. [24.]



Obr. 24 Nárůst teploty v čase: a- teoretická křivka, b- skutečná křivka [24.]

Metoda topného drátu umožňuje provádět měření součinitele tepelné vodivosti i za zvýšených teplot, a tím pádem je schopna udávat přesnější výsledky tepelné vodivosti materiálů při teplotách, při kterých se skutečně používají. Metoda je založená na měření průběhu vzestupu teplot lineárního tepelného zdroje. Tímto zdrojem je tenký většinou platinový nebo platino-rhodiový drát, který je vyhříván konstantním příkonem. Pro měření za zvýšených teplot se před samotným měřením musí vzorek v peci ohřát na požadovanou teplotu a po celou dobu měření je na této konstantní teplotě udržován. Nárůst teplot musí být pozvolný, aby nedocházelo k teplotním šokům. Na začátku měření drátem začne procházet konstantní proud o známém výkonu, čímž vzroste jeho teplota a poté měříme vzestup teploty v definované vzdálenosti od tepelného zdroje v závislosti na čase. Výhoda této metody mimo jiné spočívá v tom, že lze měřit i materiály s poměrně nízkou tepelnou vodivostí.

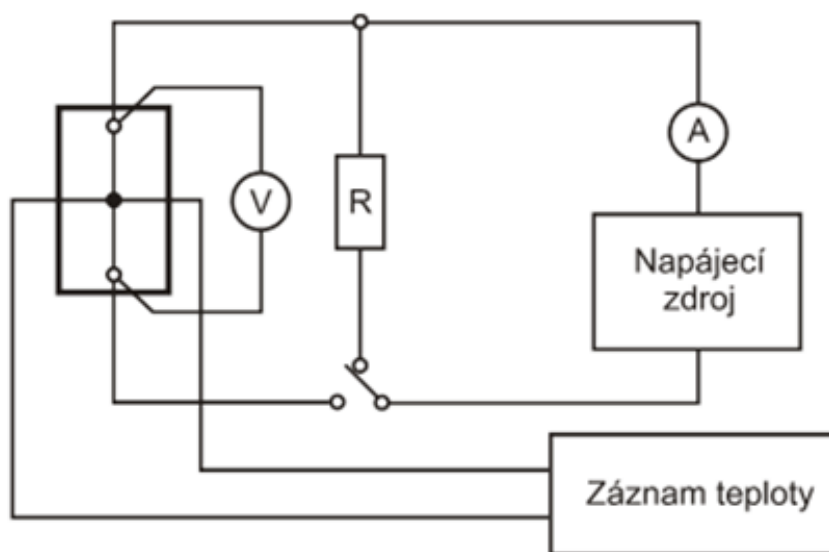
Před samotným měřením je velice důležité správně připravit vzorky. U hutných materiálů je topný drát a termočlánek umístěn mezi dvěma vzorky a proto je nezbytné v kontaktních plochách, případně pouze ve spodní ploše

zkušebního celku vytvořit zářez pro jejich uložení. Také povrch jednotlivých zkušebních těles musí být zabroušen, tak aby se plochy navzájem dotýkaly. Dle normy ČSN EN 993-14 (případně ČSN EN 993-15) je dovolena maximální odchylka 0,2 mm od rovinnosti dvou bodů vzdálených od sebe minimálně 100 mm.

V praxi patří tato metoda k nejčastěji používaným zkouškám pro stanovení tepelné vodivosti, přestože je poměrně časově náročná na přípravu vzorků. Metoda topného drátu se může provádět buď, v křížovém, nebo paralelním zapojení, přičemž pro tyto zkoušky platí ČSN EN 993-14 respektive ČSN EN 993-15. Přičemž rozdíl v těchto dvou metodách je v geometrickém uspořádání topného drátu a měřícího prvku, a v měřitelném rozsahu tepelné vodivosti. Ostatní podmínky pro povrchovou úpravu zkušebních těles a uložení měřícího a topného zařízení do drážek zůstávají obdobné. Měření pomocí metody topného drátu je také popsáno v amerických technických normách ASTM C-113.

#### Křížové uspořádání (ČSN EN 993-14)

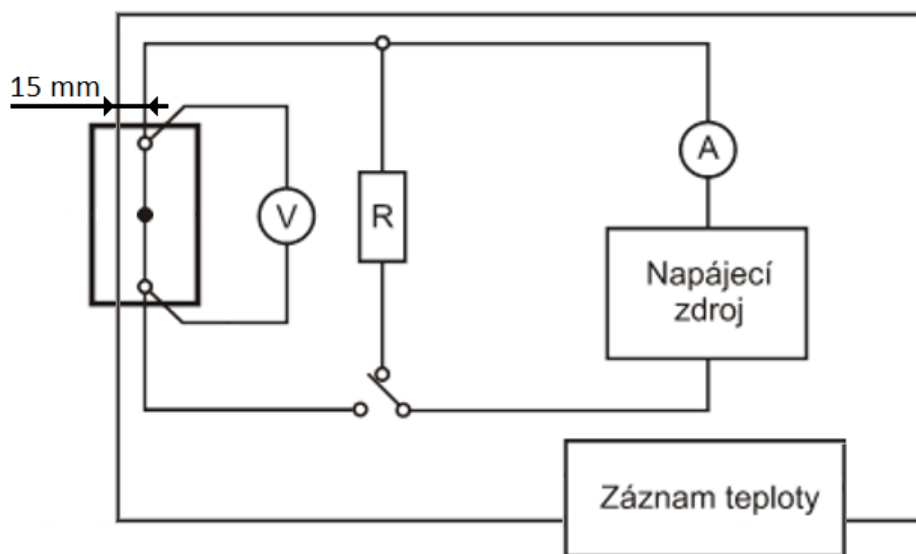
Měřící soustava pro měření součinitele tepelné vodivosti metodou topného drátu v křížovém uspořádání je znázorněna na obrázku 25. Při tomto uspořádání je měřící termočlánek se svými přívody přivařen kolmo k topnému drátu přesně v jeho středu. Vzorky pro měření musí mít minimální rozměry 200x100x50 mm. Metoda je vhodná pro měření vzorků se součinitelem tepelné vodivosti do maximální hodnoty  $2 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ .



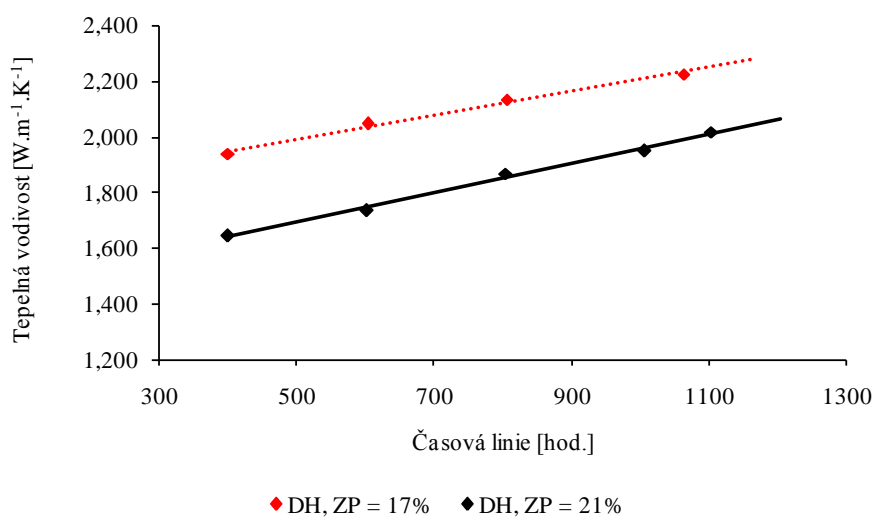
Obr. 25 Schéma křížového uspořádání [29.]

### Paralelní uspořádání (ČSN EN 993-15)

Oproti křížovému uspořádání se při této metodě měřicí termočlánek umísťuje rovnoběžně s topným drátem ve vzdálenosti 15 mm. I zde jsou stanoveny minimální rozměry pro měřené vzorky a to 200x100x50mm. Při paralelním uspořádání můžeme měřit vzorky se součinitelem tepelné vodivosti až do hodnoty  $25 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ .



Obr. 26 Schéma paralelního uspořádání



Obr. 27 Výsledky měření součinitele tepelné vodivosti metodou topného drátu dle normy ČSN EN 993 – 15 [11.]

V dnešní době se v průmyslových přístrojích také často používá metoda, kdy jsou topný drát a termočlánek zabudovány v sondě o známých vlastnostech. Takže měřicí soustava se skládá z měřicí sondy a zkušebního vzorku a pro samotné měření se sonda přikládá na měřený vzorek (viz přístroj Shoterm QTM a Isomet 2114).

### **Shoterm QTM**

Přístroj Shoterm QTM, který vyrábí firma Showa Denko je schopen měřit součinitel tepelné vodivosti v rozsahu  $0,023$  až  $11,6 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  při teplotním rozsahu  $-10$  až  $+200$  °C. Před samotným měřením se musí vzorek i sonda nechat vytemperovat na požadovanou teplotu. Poté se sonda přiloží na zkoušený vzorek, přičemž ten by neměl vykazovat odchylky od rovinnosti dvou bodů větší než  $0,2$  mm. Po přiložení sondy se spustí měřicí proces. Po dokončení měřicího cyklu, přístroj přímo zobrazí hodnotu odpovídající součiniteli tepelné vodivosti zkoušeného vzorku.

### **Isomet 2114**

Výrobce přístroje Isomet 2114 je Bratislavská společnost Applied Precision. Tento přenosný přístroj lze použít jak pro měření součinitele tepelné vodivosti, tak i pro měření měrné objemové tepelné kapacity a součinitele teplotní vodivosti. Pro měření sypkých materiálů je přístroj vybaven měřicí jehlou, která se zapichuje rovnou do zkoumaných vzorků. Zatímco pro měření tuhých pevných materiálů se používá plošná sonda. Jednotlivé sondy mají různé měřicí rozsahy a lze tak za použití různých sond měřit až v rozsahu  $0,04$ – $6,0 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  v případě použití plošné sondy. Výrobce udává maximální odchylku měření  $10\%$  od naměřené hodnoty a přístroj je schopen měřit v rozmezí  $-15$  až  $+50$  °C. [21.]

Měření je založeno na principu analýzy teplotní odezvy na impulsy tepelného toku, které jsou přenášeny do zkoušeného materiálu prostřednictvím sondy. Sonda musí být neustále v přímém kontaktu s testovaným vzorkem. Výpočet výsledných hodnot je založen na vyhodnocování periodicky se opakujících teplotních impulsů a jejich následných odezvů.



Obr. 28 Plošná a jehlová sonda [21.]

### 2.4.3 Měření součinitele tepelné vodivosti sypkých materiálů

Měření součinitele tepelné vodivosti na sypkých materiálech představují speciální kapitolu stanovování tepelné vodivosti. Sypké materiály se dají využít pro vyrovnávání nerovností před první vrstvou izolace nebo jako výplň izolovaného prostředí. Pro stanovení součinitele tepelné vodivosti sypkých materiálu lze využít metodu topného drátu, přičemž mezi nejčastější způsoby měření touto metodou patří měření v mufli (ČSN EN 993-15) nebo měření pomocí jehlové sondy a přístroje Isomet. Mezi méně časté způsoby lze zařadit nově vzniklou metodu, při které měření probíhá ve válcové nádobě. Všechny výše zmíněné metody jsou v následujících kapitolách blíže popsány.

#### 2.4.3.1 Běžně používané metody

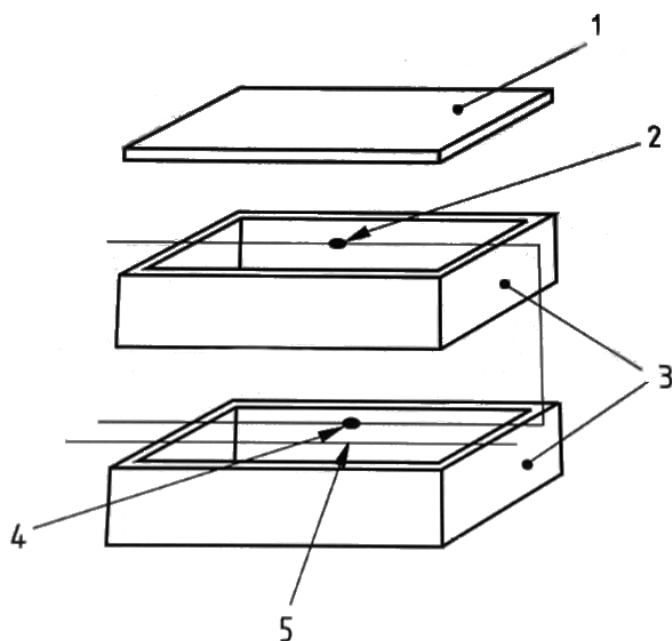
##### Měření součinitele tepelné vodivosti sypkých materiálů metodou topného drátu (ČSN EN 993-14, ČSN EN 993-15)

Pro měření práškových nebo zrnitých materiálů metodou topného drátu se používá speciální mufle. Tato mufle musí být vyrobena z elektricky nevodivého materiálu, který zároveň musí být nereaktivní vůči měřenému vzorku při teplotách, za kterých bude měření probíhat. Zkušební celek se skládá ze dvou stejně velkých částí, jejichž rozměry činí minimálně 200 mm x 100 mm x 50 mm. Spodní mufle se skládá ze čtyř obvodových stran a spodní základny, přičemž horní strana má jen čtyři obvodové strany, na které se poté pokládá odnímatelný kryt, který musí být vyroben ze stejného materiálu jakou zkušební mufle.



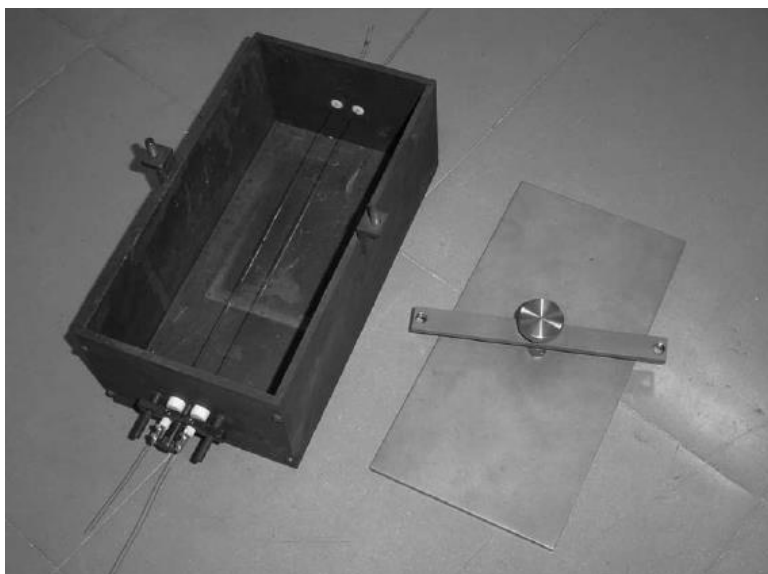
Zkouška se provádí tak, že se nejprve naplní spodní díl mufle po okraj zkoušeným vzorkem a na něj se uloží topný drát a měřicí termočlánek. Poté se na spodní díl mufle umístí díl horní, který se také naplní po okraj zkoušeným vzorkem. Na takto vytvořený zkušební celek se uloží srovnávací termočlánek a vše se zakryje odnímatelným krytem. Následně se stanoví sypná hmotnost v mufli uloženého nezhutněného materiálu. V případě potřeby vyšší objemové hmotnosti je možné materiál při plnění hutnit pomocí vibrací případně lisováním tak, aby bylo dosaženo požadované objemové hmotnosti. V průběhu celého měření se musí zajistit konstantní vzdálenost mezi topným drátem a měřicím termočlánekem. [20.]

Další postup měření je totožný s měřením hutných tvarovek, takže se takto vytvořený zkušební celek následně uloží do pece, kde se zahřeje na požadovanou teplotu a po ustálení teplot se provede samotné měření.



1. Pokolop, 2. Srovnávací termočlánek, 3 Mufle, 4. Měřicí termočlánek, 5. Topný drát

Obr. 29 Schéma uložení topného drátu a termočláneků [20.]



*Obr. 30 Zkušební celek [25.]*

### **Isomet 2114**

Pro měření na sypkých materiálech za běžných teplot lze použít přístroj Isomet 2114, který je pro tato měření vybaven měřicí jehlou. Tato jehla se zapichuje přímo do měřeného sypkého materiálu a je schopna měřit součinitel tepelné vodivosti od  $0,015 - 2,0 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ , při teplotách od  $-20$  až do  $+70 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . [21.]



*Obr. 31 Jehlová sonda [31.]*

#### 2.4.3.2 Nově vyvinutá metoda– měření ve válcové nádobě

V rámci řešení projektu TAČR číslo TA 02021231 (Vývoj ostrovního solárního systému s koncentrátorem ve formě speciální optické čočky, s využitím optických vláken pro přenos energie a úložištěm energie pro celoroční provoz) byla nově sestavena měřicí aparatura, která se skládá z kovové nádoby válcového tvaru, která se plní zkoušeným zásypovým izolačním materiálem. Do nádoby se během plnění vkládá vnitřní topný element se známým tepelným výkonem. Pro měření za zvýšených teplot se může celá měřicí aparatura umístit do pece, ve které ji lze ohřát na požadovanou teplotu, při níž chceme měřit součinitel tepelné vodivosti. Následně se z naměřených hodnot jako je tepelný výkon a teplota topného elementu provádí zpětné modelování v systému Ansys. Z těchto výpočtů získáme hodnoty zkoumaných fyzikálních vlastností. Tato metoda je založena na principu stacionárního tepelného pole, a využívá se zde předpokladu šíření tepla podle Fourierovy prostorové rovnice.

Před samotným měřením se musí nejprve připravit měřicí soustava. Jako první se do připravené válcové nádoby nasype část měřeného materiálu, který se zhutní 5 údery o desku stolu. Následně se do nádoby vloží topné tělísko, které se zasype materiálem až po okraj a opět se zhutní 5 údery o desku stolu. Takto připravená aparatura se vloží do pece, kde se nastaví požadovaná teplota na zdroji a v peci. Po ustálení požadovaných teplot se provede odečet naměřených hodnot, které se poté vyhodnotí v programu Ansys.[30.]



Obr. 32 Měřicí nádoba po dosažení 700 °C [30.]

### 3. Praktická část

Experimentální část práce se zabývá zkoumáním vlivu objemové hmotnosti a pórovitosti žárovzdušných materiálů na jejich tepelnou vodivost. U zkoušených vzorků byla stanovena objemová hmotnost, nasákavost, zdánlivá pórovitost a zdánlivá hustota. Dále bylo u všech vzorků provedeno měření tepelné vodivosti, které bylo prováděno jak za běžných tak i za zvýšených teplot, díky kterým lze získat přesnější výsledky o chování žárovzdušných materiálu v podmínkách, které přesněji odpovídají prostředí, ve kterých se tyto materiály reálně používají.

#### 3.1 Metodika práce

##### 3.1.1 Objemová hmotnost

###### 3.1.1.1 Stanovení objemové hmotnosti měřením a vážením (ČSN EN 993-1)

Zkušební vzorky byly za normálních laboratorních podmínek zváženy a změřeny pomocí posuvného měřítka s přesností na 0,01 mm. Naměřené hodnoty byly poté dosazeny do následujícího vzorce, ze kterého se vypočítá objemová hmotnost.

$$\rho_H = \frac{m}{a \cdot b \cdot c} \quad [kg \cdot m^{-3}]$$

**Legenda:**

m...hmotnost vzorku [kg]

a, b, c...rozměry zkušebního vzorku [m]

###### 3.1.1.2 Stanovení objemové hmotnosti hydrostatickým vážením (ČSN EN 993-1)

Před samotným měřením je nutné vzorky nejprve vysušit do konstantní hmotnosti při teplotě  $110 \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . Takto vysušené vzorky se zváží s přesností na 0,01 g ( $m_s$ ). Vzorky se po zvážení přemístí do exikátoru, ze kterého se pomocí vodní vývěvy odčerpá vzduch. Poté se za stálého podtlaku do nádoby pomalu napustí voda. Množství vody musí být takové, aby byl největší vzorek alespoň 5 cm pod hladinou. Po zrušení vakua se vzorky nejprve zváží ve vodě, pomocí tenkého vytárovaného závěsu ( $m_{nh}$ ). Vzorky se po vyjmutí z vody na

povrchu otřou pomocí vlhké tkaniny a opět se zváží s přesností na 0,01 g ( $m_n$ ). Naměřené hodnoty se následně dosadí do vzorce a vypočte se objemová hmotnost zkoušeného vzorku.

#### **Objemová hmotnost (OH)**

$$OH = \frac{m_s}{m_n - m_{nh}} \cdot \rho_v \quad [kg \cdot m^{-3}]$$

##### **Legenda:**

$m_s$ ...hmotnost suchého vzorku [g]

$m_n$ ...hmotnost nasyceného vzorku vodou [g]

$m_{nh}$ ...hmotnost nasyceného vzorku váženého hydrostaticky [g]

$\rho_v$ ...hustota vody [ $kg \cdot m^{-3}$ ]

### **3.1.2 Stanovení zdánlivé pórovitosti, zdánlivé hustoty a nasákavosti hydrostatickým vážením (ČSN EN 993-1)**

Na stanovení těchto vlastností byly použity vzorky, které byly předem vysušeny do ustálené hmotnosti a zváženy s přesností na 0,01 g ( $m_s$ ). Poté byly vzorky přemístěny do exikátoru, kde byly vakuovým způsobem nasyceny vodou. Po nasycení byly vzorky zváženy na vzduchu ( $m_n$ ) i hydrostaticky ( $m_{nh}$ ). Hydrostatické vážení bylo provedeno pomocí tenkého vytárovaného závěsu. Naměřené hodnoty byly poté dosazeny do následujících vzorců.

#### **Nasákavost (NV)**

$$NV = \frac{m_n - m_s}{m_s} \cdot 100 \quad [\%]$$

##### **Legenda:**

$m_s$ ...hmotnost suchého vzorku [g]

$m_n$ ...hmotnost nasyceného vzorku vodou [g]

#### **Zdánlivá pórovitost (PZ)**

$$PZ = \frac{m_n - m_s}{m_n - m_{nh}} \cdot 100 \quad [\%]$$

##### **Legenda:**

$m_s$ ...hmotnost suchého vzorku [g]

$m_n$ ...hmotnost nasyceného vzorku vodou [g]

$m_{nh}$ ...hmotnost nasyceného vzorku váženého hydrostaticky [g]

## Zdánlivá hustota (ZH)

$$ZH = \frac{m_s}{m_s - m_{nh}} \cdot \rho_v \quad [kg \cdot m^{-3}]$$

### Legenda:

$m_s$ ...hmotnost suchého vzorku [g]

$m_{nh}$ ...hmotnost nasyceného vzorku váženého hydrostaticky [g]

$\rho_v$ ...hustota vody [ $kg \cdot m^{-3}$ ]

### 3.1.3 Stanovení distribuce velikosti pórů

Pro stanovení distribuce velikosti pórů se používá vysokotlaká rtuťová porozimetrie. Tato metoda je založena na jevu kapilární deprese, která se projevuje tím, že když do rtuti, která je nesmáčivá (úhel smáčení větší než  $90^\circ$ ) ponoříme pevnou porézní látku, tak rtuť může vniknout do jejich pórů jen díky působení vnějšího tlaku. Hodnota potřebného tlaku pro vniknutí rtuti do pórů se zvyšuje s klesajícím poloměrem pórů. Díky tomu můžeme při současném zvyšování tlaku a měření objemového úbytku rtuti zjistit rozdělení objemu pórů podle velikosti.

Pro měření v porozimetru se používají kusové vzorky, které mají hmotnost od 1 do 3 gramů. Tyto vzorky je potřeba před samotným měřením, vysušit do ustálené hmotnosti. Velikost navážky se odvíjí od pórovitosti materiálu, kdy u materiálu s nižší pórovitostí je potřeba větší navážka z důvodu zvýšení přesnosti vyhodnocení. Takto připravená navážka se umístí do skleněného dilatometru, ze kterého se odsaje veškerý vzduch, který by ovlivňoval měření. Po odsátí vzduchu je dilatometr naplněn rtutí do požadované výšky  $h_0$ . Poté se za zvyšování tlaku snižuje objem rtuti v trubici, protože rtuť začne vnikat do pórů materiálu. Nejprve rtuť vniká do větších pórů a až následně s rostoucím tlakem vniká i do menších pórů. Vyhodnocení je provedeno automaticky pomocí přístroje Pascal.

Vztah pro výpočet průměru pórů při daném tlaku:

$$r = \frac{-2 \sigma \cos \theta}{p}$$

### Legenda:

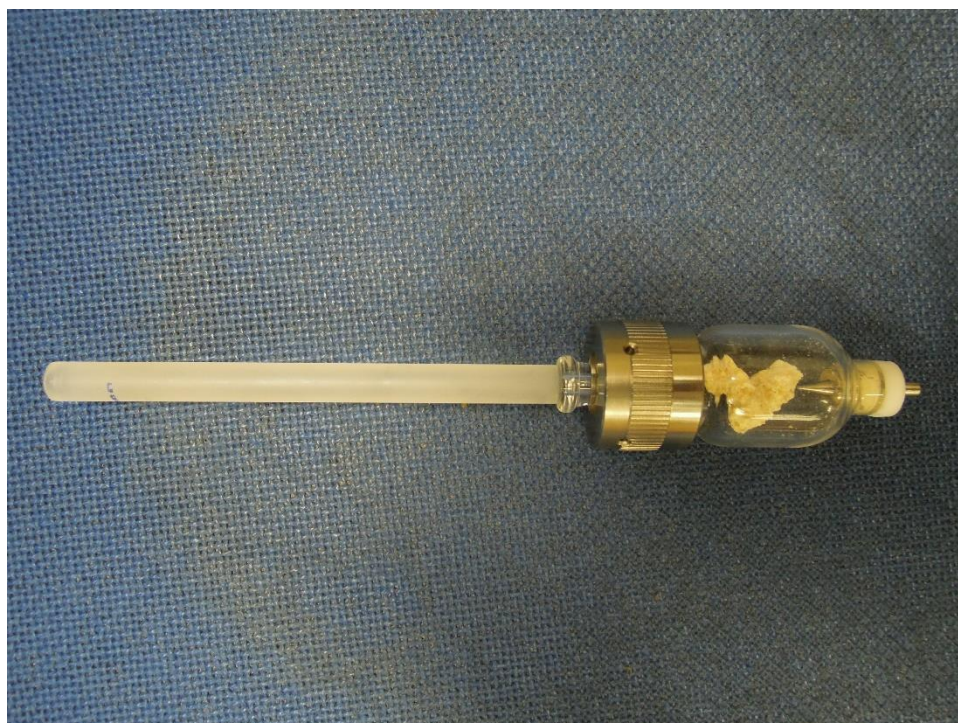
$\sigma$  ...povrchové napětí rtuti  $0,476 \text{ N} \cdot \text{m}^{-1}$

$\theta$  ...úhel smáčení mezi kapalinou a pevnou látkou

$p$  ...tlak [Pa]



*Obr. 33 Porozimetr*



*Obr. 34 Detail dilatometru*



### 3.1.4 Stanovení součinitele tepelné vodivosti za normálních teplot

#### Shoterm QTM

Pro toto stanovení byl použit přístroj Shoterm QTM, který je blíže popsán v kapitole 2.4.2.3. Před samotným měřením součinitele tepelné vodivosti je nejprve nutné připravit vzorky tak, aby byl jejich povrch co možná nejrovnější (maximální povolená odchylka od rovinnosti dvou bodů je stanovena na hodnotu 0,2 mm), a také aby rozměry zkušebních vzorků byly minimálně o 50 mm větší než rozměry zkušební sondy. Minimální tloušťka zkušebního vzorku je 100 mm. [29.]

Na takto připravený vzorek se poté volně položí měřicí sonda a nechá se minimálně 1 min vytemperovat, čímž dojde k ustálení teplot mezi zkušební sondou a měřeným vzorkem. Poté se již může spustit měřicí proces, přičemž po celou dobu měření musí být sonda v neustálém kontaktu se vzorkem. Po ukončení měření se na přístroji rovnou zobrazí hodnota součinitele tepelné vodivosti. Tento postup měření byl na každém vzorku opakován 3x.



Obr. 35 Přístroj Shoterm QTM

#### Isomet 2114

Postup měření na přístroji Isomet 2114 (viz kapitola 2.4.2.3) je obdobný jako u přístroje Shoterm QTM. Před samotným měřením je tedy nejprve nutné připravit vzorky tak, aby byl jejich povrch co možná nejrovnější. Poté se na takto



upravené vzorky volně položí měřicí sonda a spustí se měřící proces. V menu přístroje je nutné předem nastavit program, pro požadovaný počet měření a poté již celý proces měření probíhá plně automaticky. V našem případě se na každém vzorku opakovaly 3 měření, přičemž každý vzorek byl nejprve měřen z lícové strany a poté taky na straně řezu. Pro měření izolačních i hutných vzorků dinasu byl použity 2 plošné sondy. Přičemž pro měření vzorků izolačního dinasu 1ID a 2ID byla použita sonda s měřícím rozsahem  $0,04-0,3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Pro ostatní vzorky byla použita sonda s měřícím rozsahem  $0,3-2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .



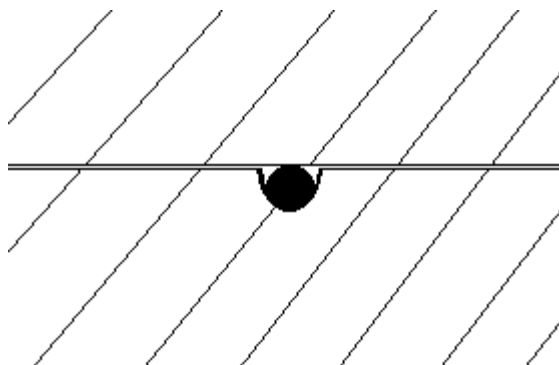
*Obr. 36 Přístroj Isomet 2114*



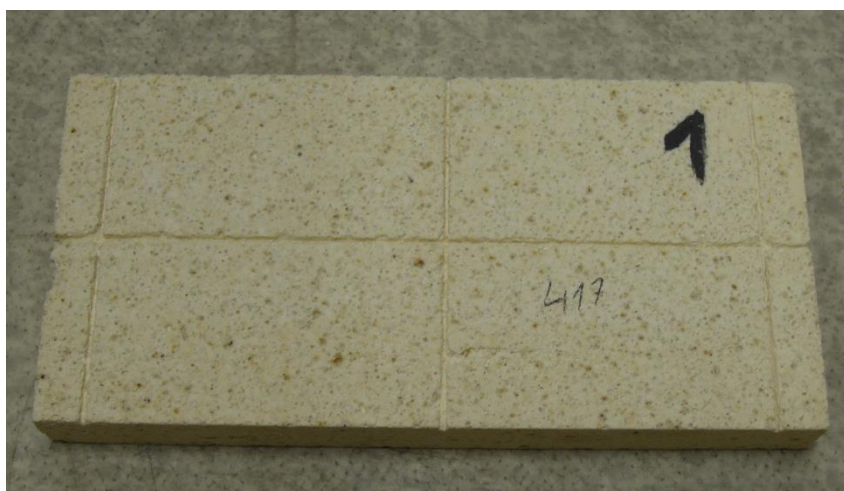
*Obr. 37 Detail plošné sondy*

### 3.1.6 Stanovení součinitele tepelné vodivosti za zvýšených teplot

Stanovení součinitele tepelné vodivosti za zvýšených teplot bylo provedeno metodou topného drátu v peci CLASIC, dle ČSN EN 993-14. Byla tedy použita metoda, při které je topný drát a měřicí termočlánek v křížovém uspořádání. Pro měření je potřeba dvou shodných zkušebních těles, ze kterých se vytvoří zkušební celek. Kontaktní plochy těchto těles musí vykazovat takovou rovinnost, aby odchylka rovinnosti dvou bodů vzdálených od sebe nejméně 100 mm nebyla větší než 0,2 mm. V opačném případě je potřeba tyto plochy přebrousit. Ve spodní kontaktní ploše se poté vyřezaly drážky pro umístění topného drátu a termočlánu, tak aby šířka a hloubka zářezu odpovídaly schématu, viz obrázek 38. Před samotným měřením se mezi zkoušená tělesa uloží topný drát a termočlánek a takto připravený zkušební celek se uzavře v peci. Zde již probíhá měření podle předem nastaveného programu, který řídí nárůst teplot i jejich výdrže pro ustálení teploty. Měření tepelné vodivosti při dané teplotě probíhá až při dosažení rovnoměrné a stálé teploty celého zkušebního celku.



Obr. 38 Schéma uložení



Obr. 39 Vzorek s připravenými zářezy

## 3.2 Posuzovaný materiál

Posuzovaným materiálem jsou dinasové tvarovky od firmy P-D Refractories CZ a.s., dinas patří mezi žárovzdorné materiály, které se po chemické stránce vyznačují vysokým obsahem  $\text{SiO}_2$  nad 93 % a po stránce mineralogické vysokým obsahem  $\beta$ -cristobalitu a  $\gamma$ -tridymitu. Dále obsahuje malé množství  $\beta$ -křemene, křemičitanů vápenatých a skelné fáze. [1.] Vlivem vysokého obsahu  $\text{SiO}_2$  má dinas kyselý charakter. Předností dinasu je vysoká únosnost v žáru při působení stálé teploty (až 1700 °C) a odolnost kyselým taveninám. Nevýhodou dinasu je, že jej nelze použít tam, kde dochází k častým změnám teplot pod 600 °C. To je způsobeno tím, že při teplotě 573 °C se  $\beta$ -křemen mění na  $\alpha$ -křemen. Tato reakce je doprovázena nárůstem objemu, a tím pádem může dojít k popraskání vyzdívky. Dinasové výrobky se tedy používají převážně tam, kde jsou vystaveny stálému žáru a kde teplota dlouhodobě neklesá pod 700 °C. Dinas lze stejně jako ostatní žárovzdorné materiály členit na dinas hutný a izolační. Hutný dinas se používá především v hutnickém a sklářském průmyslu, zatímco izolační dinas se používá zejména jako tepelná izolace žárovzdorných konstrukcí, z hutného dinasu.

Testovány byly dvě skupiny vzorků. První skupina byla vyrobena z izolačního dinasu (dále značeno ID), u kterého se objemová hmotnost pohybovala v rozsahu 600 až 1200  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ . Vzorky 1ID, 2ID, 3ID a 5ID byly vyrobeny ve Velkých Opatovicích a vzorek 4ID byl vyroben v Německém městě Bochum. Druhou skupinu tvoří vzorky z hutného dinasu (dále značeno HD) s objemovou hmotností v rozsahu 1900 až 1960  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ , tyto vzorky byly vyrobeny ve Svitavách.



Obr. 40 Izolační dinas



*Obr. 41 Hutný dinas*

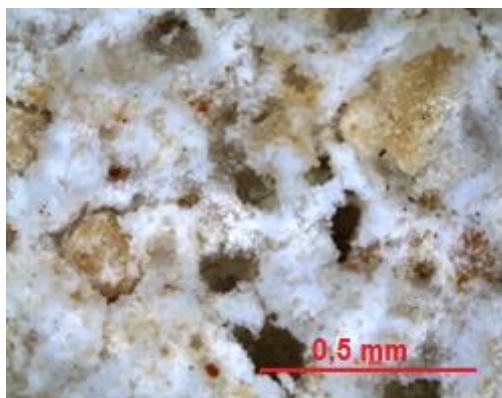
### **3.2.1 Makroskopický popis vzorků**

Vzorky izolačního dinasu byly světle šedé až okrové barvy. Na povrchu tvarovek nebyly viditelné žádné praskliny ani trhliny a jejich hrany byly neporušené. Lícová strana byla hladší díky matrixu, který se zde vytlačí při lisování, zatímco na řezné straně byly viditelné otevřené póry. Vzorky hutného dinasu se od sebe navzájem barevně nijak výrazně nelišily, jejich barvy byly převážně hnědé až okrové. Na vzorcích nebyly patrné žádné trhliny ani praskliny, hrany byly ostré a neporušené. Tvarovky při poklepu vydávaly zvonivý zvuk.

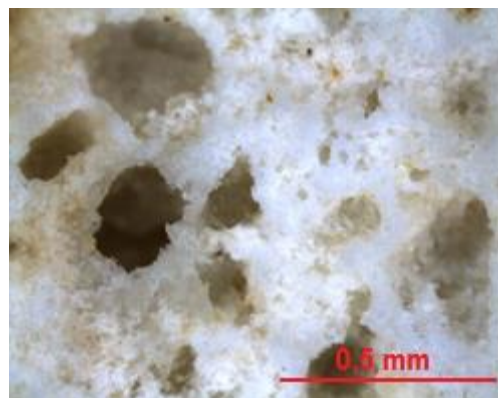
### **3.2.2 Mikroskopický popis vzorků**

Vzorky byly také pozorovány pomocí optické mikroskopie, díky čemuž lze lépe posoudit strukturu materiálů, velikost a rozložení jednotlivých pórů. Na následující stránce jsou uvedeny fotografie jednotlivých vzorků, přičemž vzorky hutného dinasu jsou zde zastoupeny pouze jediným vzorkem, protože pořízené fotografie všech vzorků byly téměř totožné.

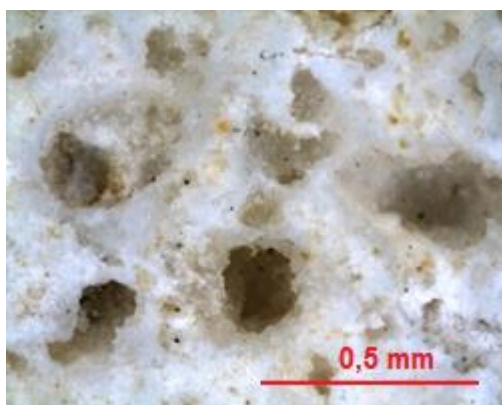




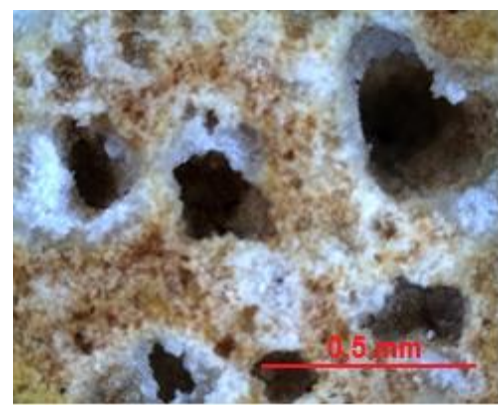
Vzorek 1ID



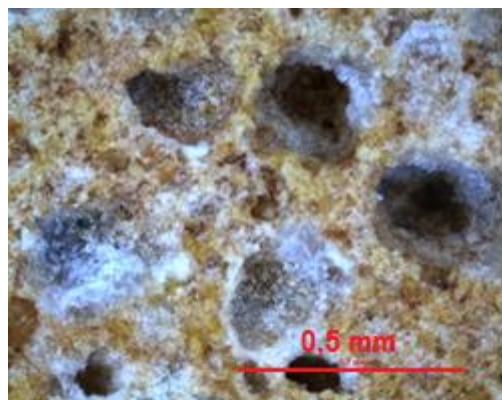
Vzorek 2ID



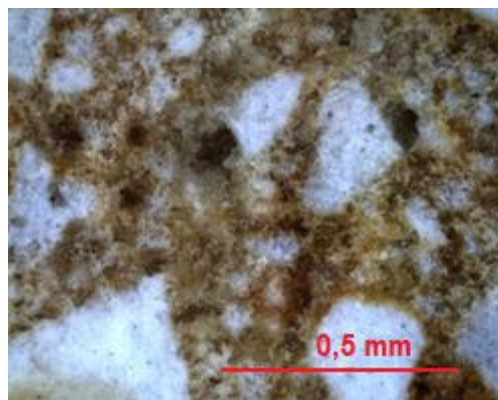
Vzorek 3ID



Vzorek 4ID



Vzorek 5ID



Vzorek hutného dinasu

Obr. 42 Mikroskopické snímky

### 3.3 Výsledky a vyhodnocení

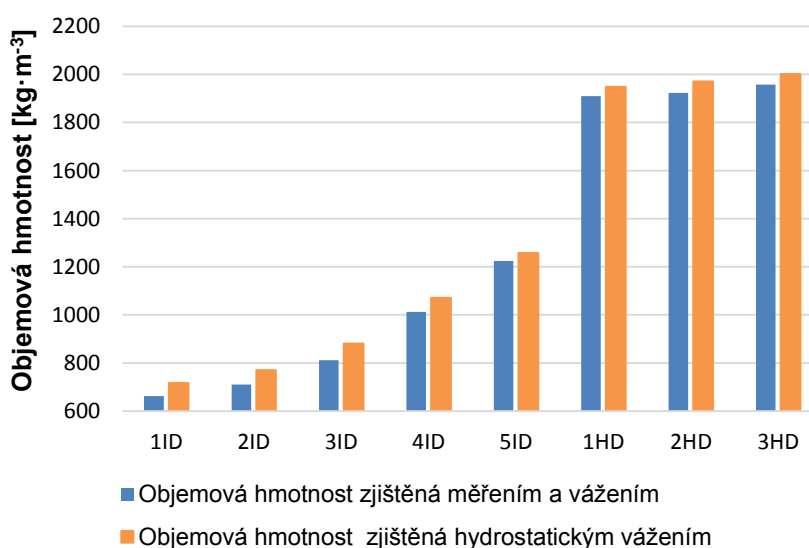
Výsledky prováděných zkoušek, zapsaných v kapitole 3.1 jsou zde uvedeny v tabulkách a grafech.

Tab. 3 Základní fyzikální vlastnosti

Vzorek	Objemová hmotnost [kg·m <sup>-3</sup> ]	Objemová hmotnost zjištěná hydrostaticky [kg·m <sup>-3</sup> ]	Nasákavost [%]	Zdánlivá pórovitost [%]	Zdánlivá hustota [kg·m <sup>-3</sup> ]
1ID	663	717	94,32	67,67	2221
2ID	710	771	86,48	66,67	2313
3ID	812	881	70,65	62,20	2330
4ID	1013	1071	50,45	53,93	2325
5ID	1225	1258	36,41	45,80	2321
1HD	1909	1948	6,89	13,42	2250
2HD	1923	1971	6,09	12,01	2240
3HD	1957	2002	4,99	9,99	2224

#### 3.3.1 Stanovení objemové hmotnosti

Objemová hmotnost je jedním z nejdůležitějších parametrů většiny materiálů, je na ní závislá celá řada dalších vlastností, jako je například pórovitost, nasákavost ale také tepelná vodivost. Její stanovení bylo provedeno pomocí dvou metod a to pomocí hydrostatického vážení a měřením a vážením.



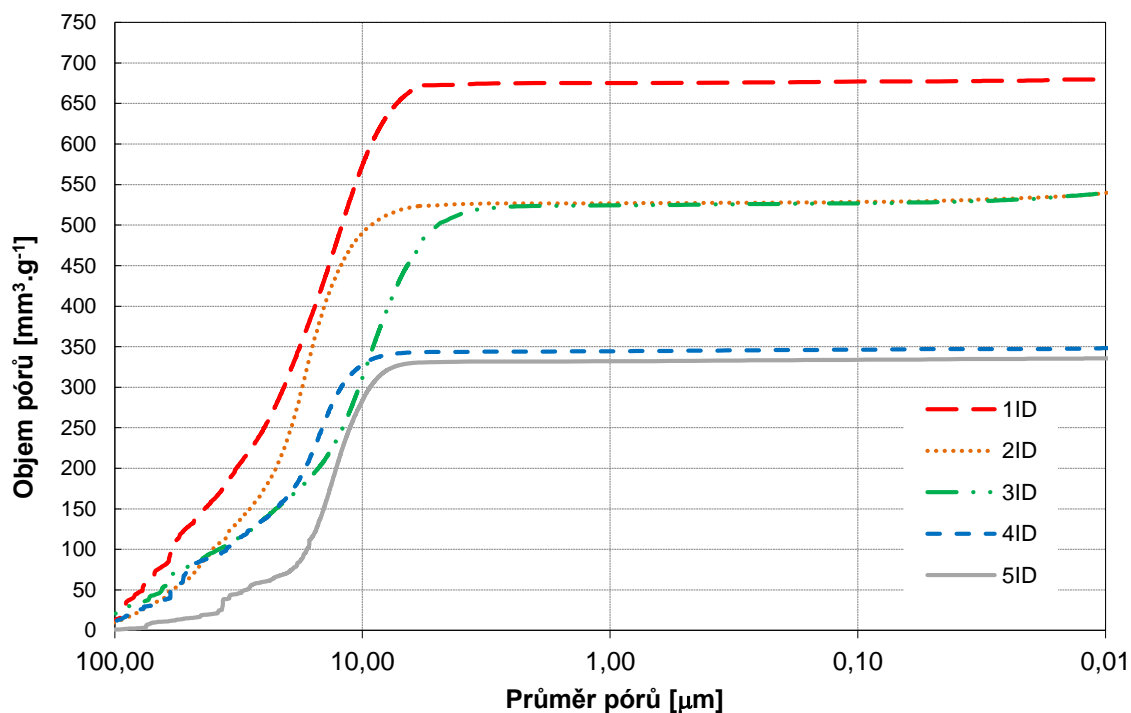
Obr. 43 Porovnání objemových hmotností v závislosti na metodě stanovení

### 3.3.2 Stanovení distribuce pórů

Pórovitost, jak už bylo zmíněno výše, je přímo závislá na objemové hmotnosti a má také vliv na tepelnou vodivost materiálu. Stanovení pórovitosti bylo opět provedeno pomocí dvou metod, přičemž první metodou bylo stanovení hydrostatickým vážením (výsledky jsou uvedeny v tabulce 3) a jako druhá metoda bylo použito stanovení pomocí vysokotlakého rtuťového porozimetru (výsledky jsou uvedeny v tabulkách 4 a 5).

Tab. 4 Hodnoty stanovené vysokotlakou rtuťovou porozimetrií na vzorcích izolačního dinasu

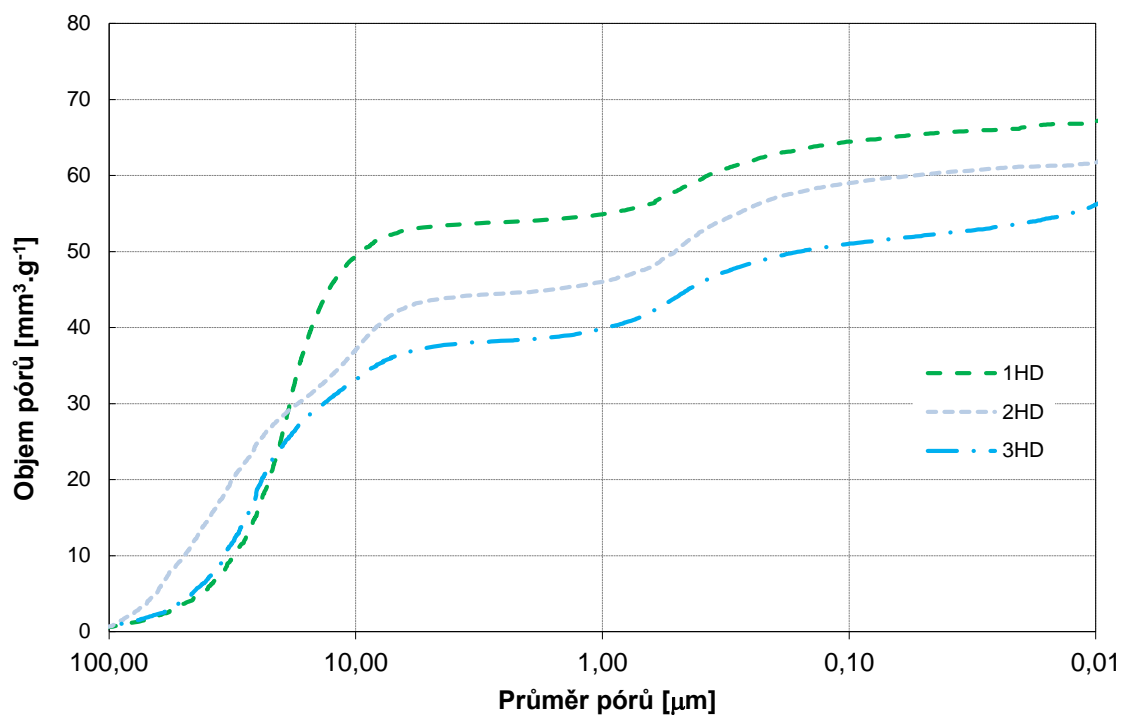
Veličina	Vzorek				
	1ID	2ID	3ID	4ID	5ID
Měrný objem pórů [mm <sup>3</sup> ·g <sup>-1</sup> ]	680,08	541,04	540,29	348,35	335,49
Měrný povrch [m <sup>2</sup> ·g <sup>-1</sup> ]	0,86	3,20	3,34	0,57	0,35
Průměrná velikost pórů [μm]	13,5187	18,2436	8,7041	13,8092	13,6087
Zdánlivá pórovitost [%]	58,81	55,89	57,89	45,91	42,99
Zdánlivá hustota [kg·m <sup>-3</sup> ]	2099	2342	2545	2436	2247



Obr. 44 Distribuce pórů ve zkušebních vzorcích izolačního dinasu

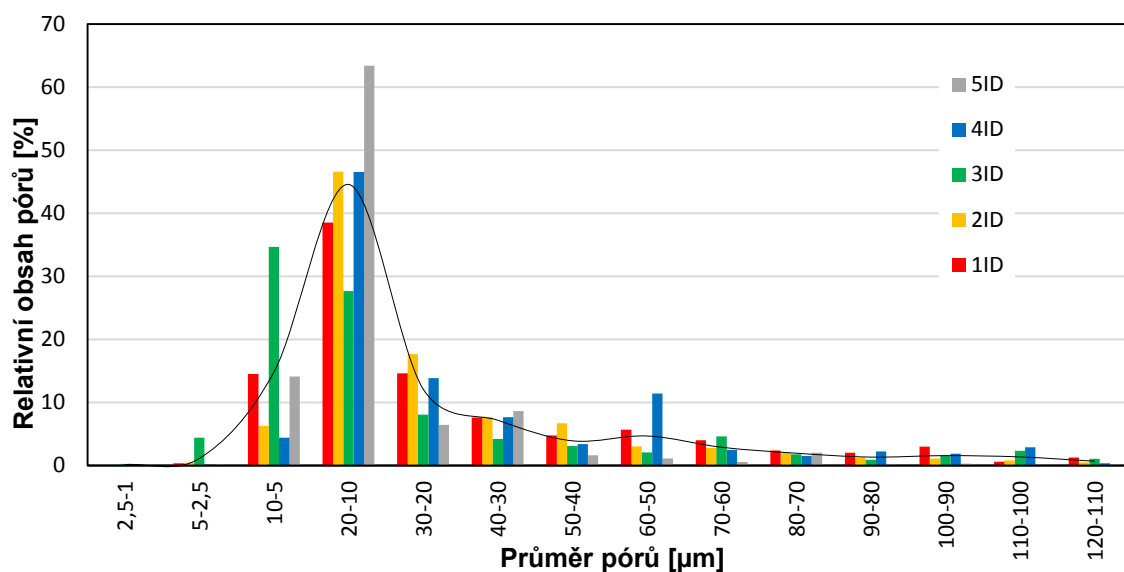
Tab. 5 Hodnoty stanovené vysokotlakou rtuťovou porozimetrií na vzorcích hutného dinasu

Veličina	Vzorek		
	1HD	2HD	3HD
Měrný objem pórů [mm <sup>3</sup> ·g <sup>-1</sup> ]	67,37	62,03	56,60
Měrný povrch [m <sup>2</sup> ·g <sup>-1</sup> ]	0,65	0,69	1,37
Průměrná velikost pórů [μm]	18,3593	34,9081	26,5419
Zdánlivá pórovitost [%]	13,30	12,19	11,34
Zdánlivá hustota [kg·m <sup>-3</sup> ]	2277	2239	2260

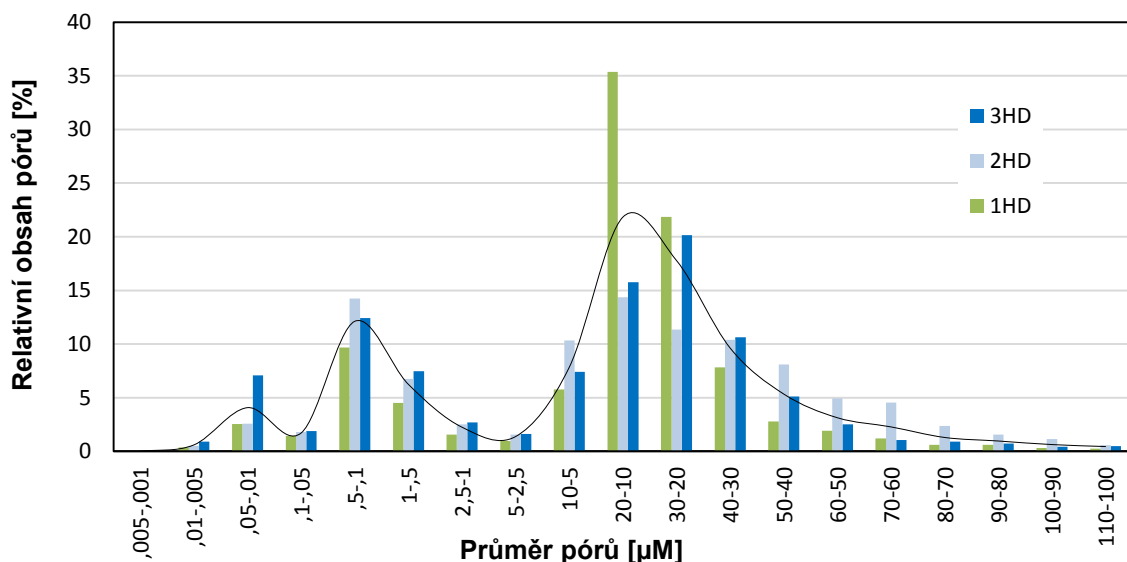


Obr. 45 Distribuce pórů ve zkušebních vzorcích hutného dinasu





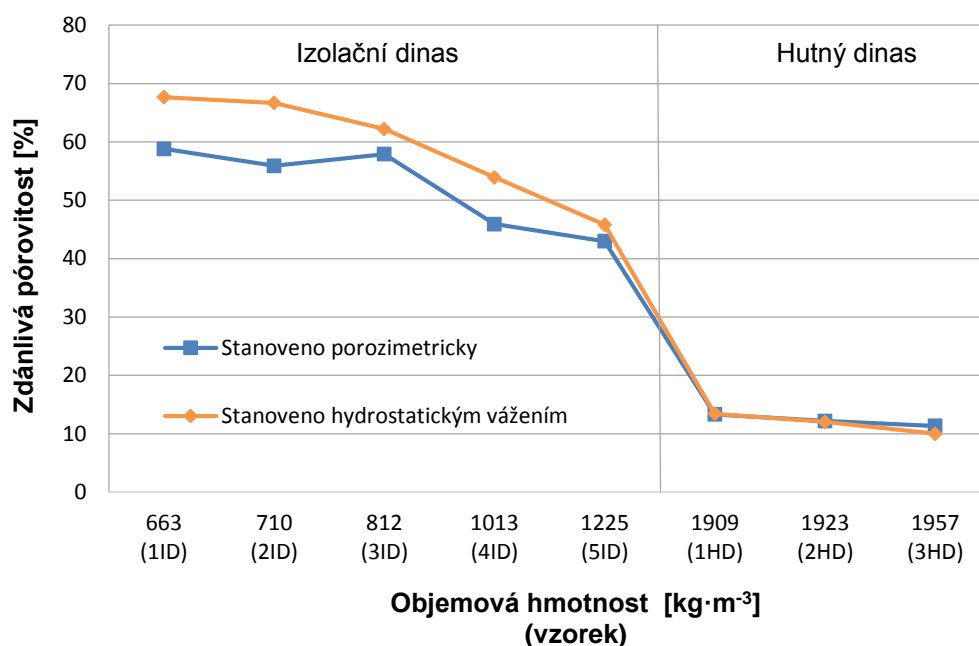
Obr. 46 Histogram rozložení pórů ve vzorcích izolačního dinasu



Obr. 47 Histogram rozložení pórů ve vzorcích hutného dinasu

Zdánlivá pórovitost měřená pomocí rtuťové porozimetrie u vzorků izolačního dinasu podle předpokladu rostla s klesající objemovou hmotností. Tento předpoklad se potvrdil i na vzorcích hutného dinasu.

Ve vzorcích vyrobených z izolačního dinasu se převážně vyskytují póry v rozmezí od 5 do 20  $\mu\text{m}$ . Ve vzorku 1ID se v tomto rozmezí vyskytuje téměř 53 % pórů, ve vzorku 3ID se v tomtéž rozmezí nachází 62 % pórů a v případě vzorku 5ID je tato hodnota dokonce 77 %. Vzorky hutného dinasu obsahují póry převážně v rozmezí 0,01-1  $\mu\text{m}$  a 5-50  $\mu\text{m}$ . Vzorek 1HD má však téměř 68 % pórů v rozmezí od 10 do 30  $\mu\text{m}$ .



Obr. 48 Závislost zdánlivé pórovitosti na objemové hmotnosti

Porovnání hodnot zdánlivých pórovitostí naměřených rtuťovou porozimetrií a pomocí hydrostatického vážení je znázorněno na obr. 48. Z grafu vyplývá, že s klesající pórovitostí vykazují obě metody téměř totožné výsledky. U vzorků s vyšší pórovitostí, tedy u vzorků izolačního dinasu, je tento rozdíl zřejmě způsoben tím, že ve vzorcích jsou obsaženy i póry s průměrem nad  $150\text{ }\mu\text{m}$ , které nejsme schopni pomocí rtuťové porozimetrie změřit. Avšak při hydrostatickém vážení jsou i tyto póry do měření zahrnuty a tak jsou hodnoty zdánlivé pórovitosti naměřené pomocí hydrostatického vážení vyšší.

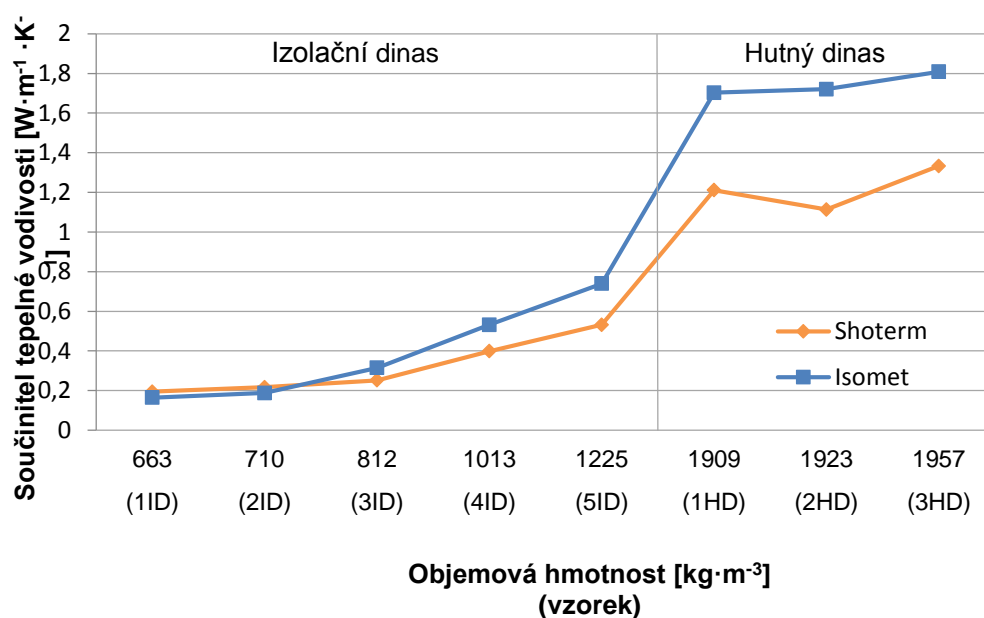
### 3.3.3 Stanovení součinitele tepelné vodivosti

#### 3.3.3.1 Stanovení součinitele tepelné vodivosti za běžných teplot

Tepelná vodivost byla za běžných teplot stanovena pomocí přístrojů Shoterm QTM a Isomet 2114. Při měření přístrojem Isomet 2114 byly použity 2 plošné sondy. Pro měření vzorků 1ID a 2ID byla použita sonda s měřicím rozsahem  $0,04\text{--}0,3\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ , přičemž pro ostatní vzorky byla použita sonda s rozsahem  $0,3\text{--}2\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Na každém vzorku byly provedeny pomocí obou přístrojů 3 měření. V tabulce číslo 6 jsou z těchto měření uvedeny průměrné hodnoty.

Tab. 6 Stanovení součinitele tepelné vodivosti za běžných teplot

Vzorek	Objemová hmotnost [kg·m <sup>-3</sup> ]	Součinitel tepelné vodivosti [W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> ]	
		Shoterm QTM	Isomet 2114
1ID	663	0,194	0,1641
2ID	710	0,217	0,1879
3ID	812	0,252	0,3143
4ID	1013	0,399	0,5319
5ID	1225	0,532	0,7395
1HD	1909	1,181	1,7026
2HD	1923	1,113	1,7204
3HD	1957	1,333	1,8088



Obr. 49 Závislost tepelné vodivosti na objemové hmotnosti

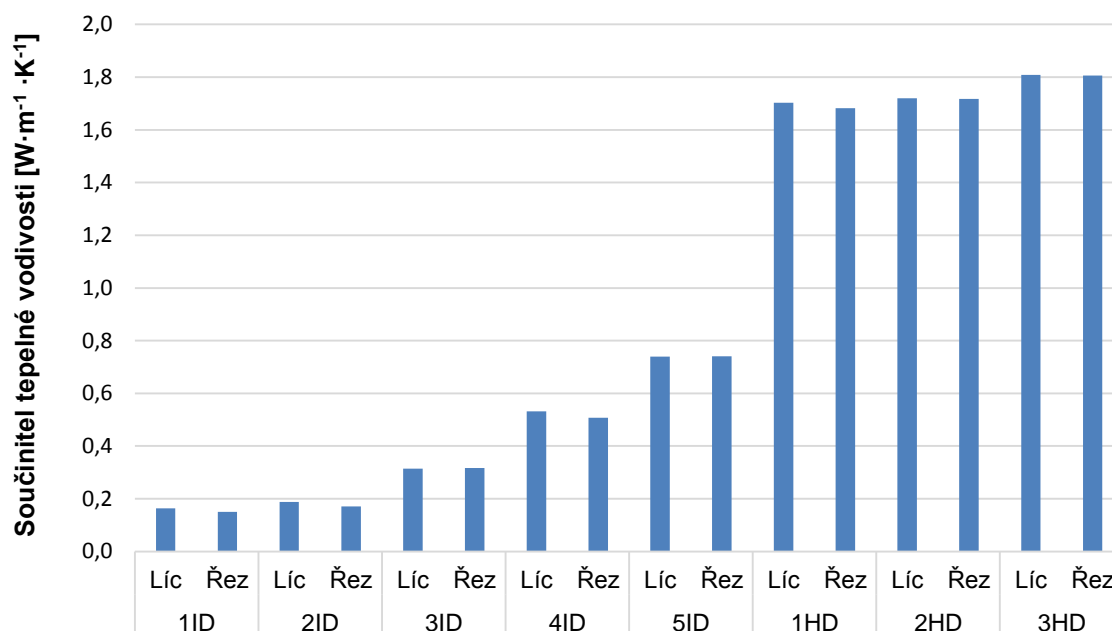
Z grafu na obrázku 49 je patrné, že hodnoty součinitele tepelné vodivosti měřené pomocí přístrojů Isomet 2114 a Shoterm QTM byly při nižších objemových hmotnostech téměř totožné, ale s rostoucí objemovou hmotností se rozdíly hodnot zvyšovaly. Příčinou by zřejmě mohlo být to, že přístroj Shoterm QTM se hodí spíše pro měření izolačních materiálů s nižší objemovou hmotností a nižším součinitelem tepelné vodivosti. Proto jsou u vzorků z izolačního dinasu jen nepatrné rozdíly naměřených hodnot, a u vzorků z hutného dinasu, který má vyšší objemovou hmotnost a tím pádem i vyšší hodnoty součinitele tepelné vodivosti, jsou tyto rozdíly větší. Největší odchylka byla naměřena na vzorku 2HD, kde rozdíl vykazoval hodnotu 0,6 W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>.

## Porovnání lícové a řezné strany

Na přístroji Isomet 2114 bylo provedeno také měření tepelné vodivosti zkoumající vztah mezi lícem tvarovky a její řeznou plochou, protože hodnota součinitele tepelné vodivosti udávána tímto měřením je charakteristická především pro povrchovou plochu výrobku a jen několik dalších milimetrů, které se nacházejí pod ní. Na každé straně byly provedeny 3 měření, které byly poté zprůměrovány.

Tab. 7 Isomet 2114 měření na líci a řezu

Vzorek	Měřená strana	Číslo měření			Průměr [W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> ]
		1	2	3	
1ID	Líc	0,1640	0,1641	0,1642	0,1641
	Řez	0,1503	0,1506	0,1503	0,1504
2ID	Líc	0,1921	0,1860	0,1858	0,1880
	Řez	0,1709	0,1715	0,1702	0,1709
3ID	Líc	0,3131	0,3145	0,3153	0,3143
	Řez	0,3149	0,3190	0,3164	0,3168
4ID	Líc	0,5341	0,5320	0,5297	0,5319
	Řez	0,5075	0,5076	0,5070	0,5074
5ID	Líc	0,7386	0,7389	0,7410	0,7395
	Řez	0,7363	0,7443	0,7401	0,7402
1HD	Líc	1,7081	1,6867	1,7129	1,7026
	Řez	1,6863	1,7554	1,6069	1,6829
2HD	Líc	1,7391	1,6918	1,7304	1,7204
	Řez	1,7438	1,7020	1,7052	1,7170
3HD	Líc	1,8085	1,8071	1,8107	1,8088
	Řez	1,8091	1,8048	1,8056	1,8065



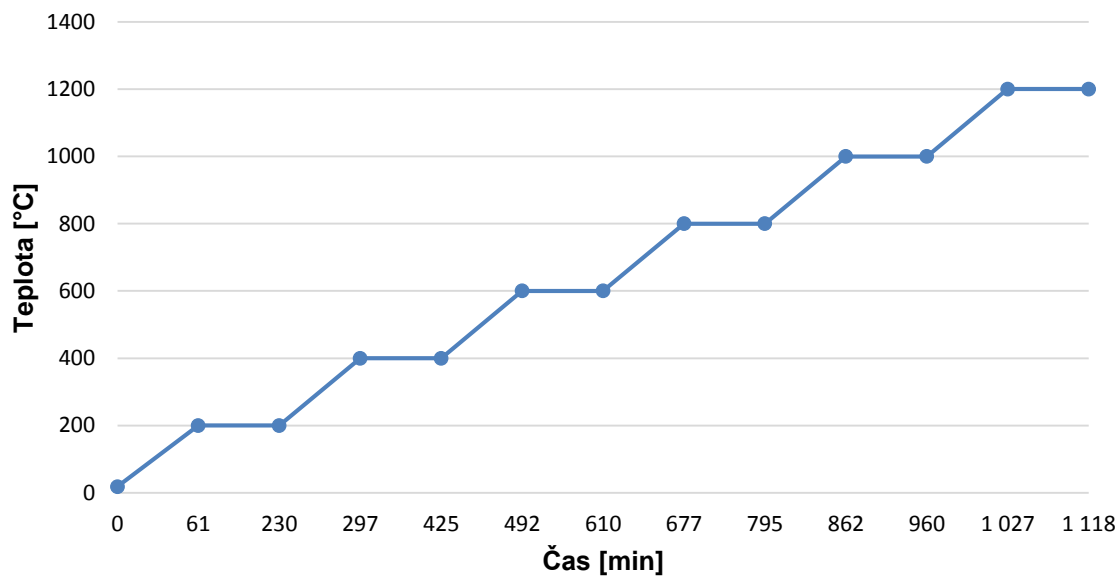
Obr. 50 Porovnání měření lícové strany a řezné strany

Výsledky naměřené na lici tvarovky a na jejím řezu potvrdily předpoklad, že u hutných vzorků by se výsledky neměly lišit a rozdíly hodnot by měly být především u izolačního dinasu. Protože při lisování dochází na lícové straně k vtlačování matrixu a jemných částic na povrch, zatímco na řezu se vyskytují otevřené póry. A póry se ve větší míře vyskytují právě u izolačního dinasu, tudíž by zde měly být rozdíly větší.

U izolačního dinasu byla průměrná odchylka mezi hodnotami naměřenými na lici a na řezu téměř 5 %, přičemž u vzorků 1ID a 2ID odchylka činila dokonce hodnotu 8 % respektive 9 %. Na vzorcích hutného dinasu byla naměřena průměrná odchylka pouhých 0,5 %.

### 3.3.3.2 Stanovení součinitele tepelné vodivosti za zvýšených teplot

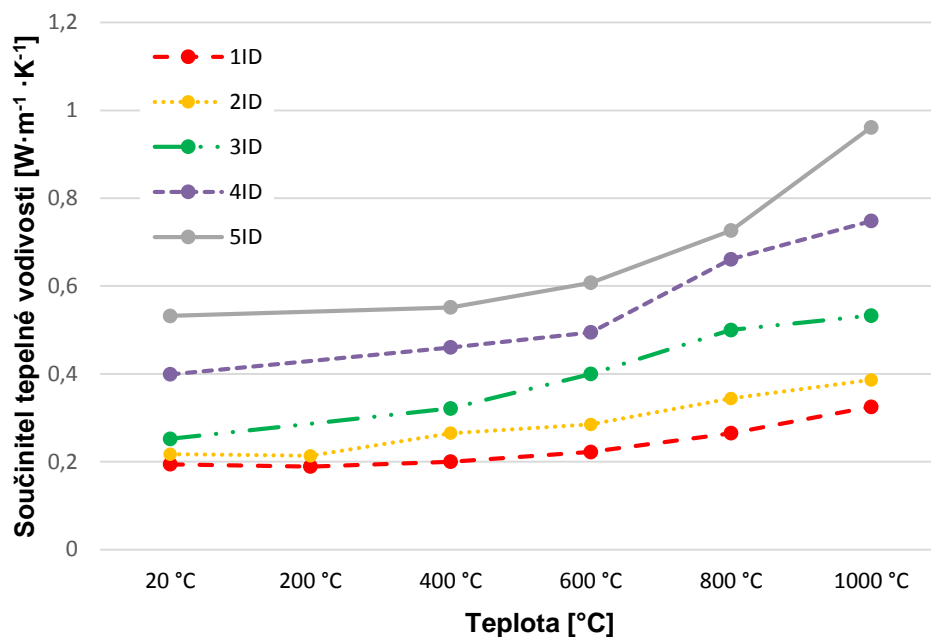
Stanovení součinitele tepelné vodivosti za zvýšených teplot bylo provedeno metodou topného drátu dle ČSN EN 993-14 (křížové uspořádání). Grafické znázornění vzestupu teploty během měření je znázorněno na obr. 51.



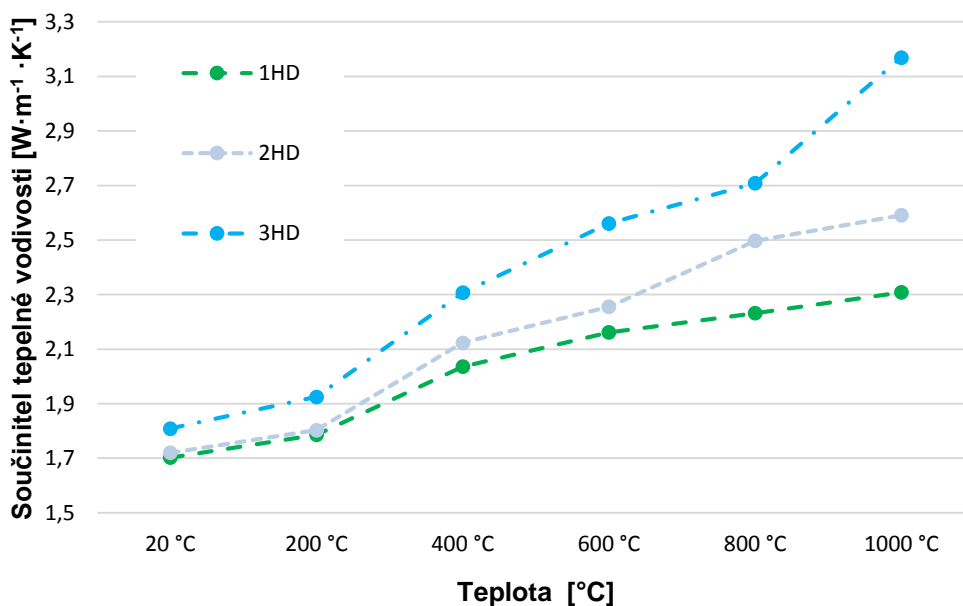
Obr. 51 Nárůst teploty v čase při měření vzorku 1ID

Tab. 8 Stanovení součinitele tepelné vodivosti za zvýšených teplot

Vzorek	Součinitel tepelné vodivosti [ $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ]						
	20 °C	200 °C	400 °C	600 °C	800 °C	1000 °C	1200 °C
1ID	0,194	0,1889	0,1999	0,2223	0,2650	0,3249	0,3833
2ID	0,217	0,2135	0,2650	0,2850	0,3438	0,3860	0,4632
3ID	0,252	–	0,3214	0,3996	0,4999	0,5328	0,6843
4ID	0,399	–	0,4600	0,4944	0,6609	0,7482	0,9751
5ID	0,532	–	0,5511	0,6072	0,7262	0,9612	1,1340
1HD	1,7026	1,7861	2,0362	2,1615	2,2319	2,3084	2,3677
2HD	1,7204	1,8032	2,1231	2,2555	2,4971	2,5914	2,4836
3HD	1,8088	1,9249	2,3071	2,5611	2,7088	3,1691	3,6740



Obr. 52 Závislost součinitele tepelné vodivosti izolačního dinasu na teplotě



Obr. 53 Závislost součinitele tepelné vodivosti hutného dinasu na teplotě

Podle předpokladu se u vzorků z izolačního i hutného dinasu s rostoucí teplotou zvyšoval i součinitel tepelné vodivosti. U vzorků 3ID, 4ID a 5ID nebyly při 200 °C naměřeny žádné hodnoty, protože při 200 °C je téměř nemožné vytemperovat pec a ustálit teplotu. Hodnoty součinitele tepelné vodivosti při 20 °C

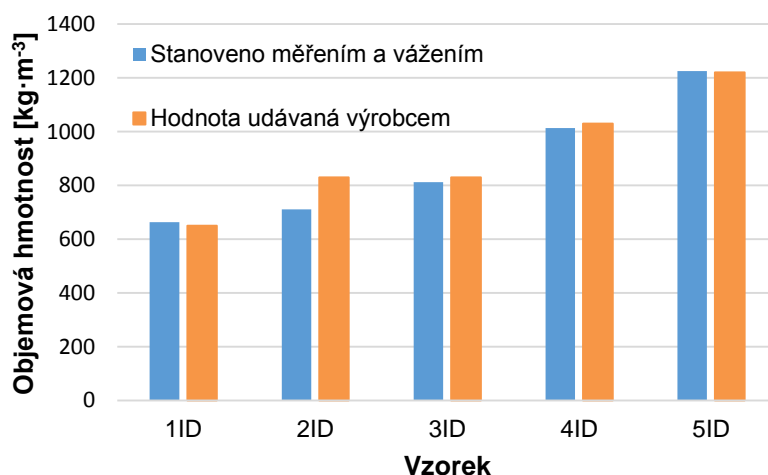
jsou zde doplněny z předcházejících měření, které byly prováděny pomocí přístrojů Isomet 2114 a Shoterm QTM Pro izolační dinas jsou použity hodnoty naměřené pomocí přístroje Shoterm QTM, přičemž pro hutný dinas jsou použity hodnoty z přístroje Isomet 2114.

### 3.3.4 Porovnání naměřených hodnot a hodnot udávaných výrobcem

Pro vzorky, které byly v rámci této práce testovány, jsou od výrobce PD Refractories CZ a.s. k dispozici pouze hodnoty pro izolační dinas. Pro izolační dinas výrobce udává mimo mineralogického složení a pevnosti v tlaku i hodnoty objemových hmotností a součinitele tepelné vodivosti za zvýšených teplot, které byly v rámci této práce měřeny.

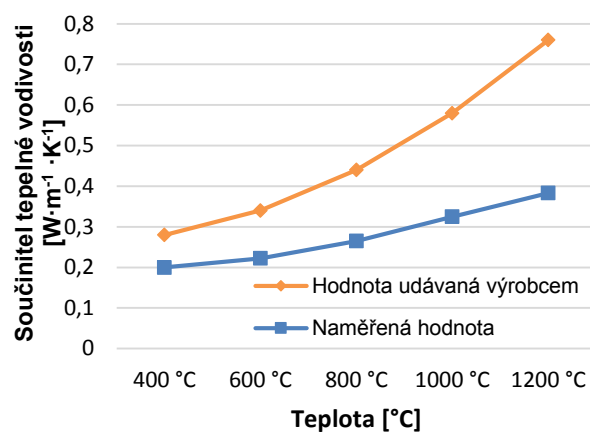
Tab. 9 Parametry udávané výrobcem [33.]

Název výrobku	Vzorek	Objemová hmotnost [kg·m <sup>-3</sup> ]	Klasifikační teplota [°C]	Součinitel tepelné vodivosti [W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> ]				
				400 °C	600 °C	800 °C	1000 °C	1200 °C
DLS6-150	1ID	650	1500	0,28	0,34	0,44	0,58	0,76
DLS8	2ID,3ID	830	1550	0,38	0,43	0,53	0,68	0,89
DLS10	4ID	1030	1600	0,5	0,58	0,69	0,86	1,1
DLS12	5ID	1220	1600	0,6	0,7	0,83	1,03	1,29

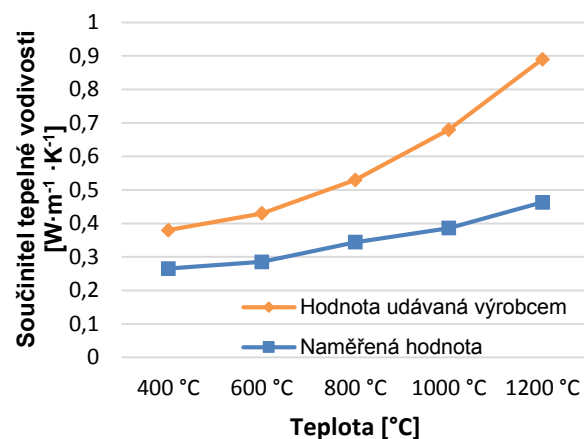


Obr. 54 Porovnání objemových hmotností

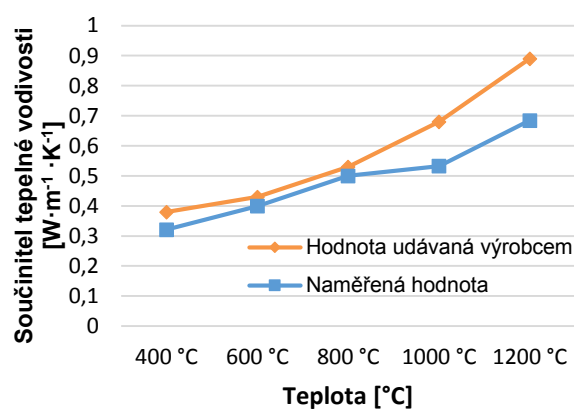




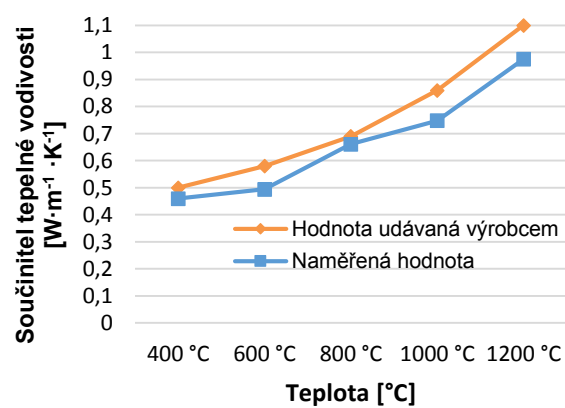
Vzorek 1ID



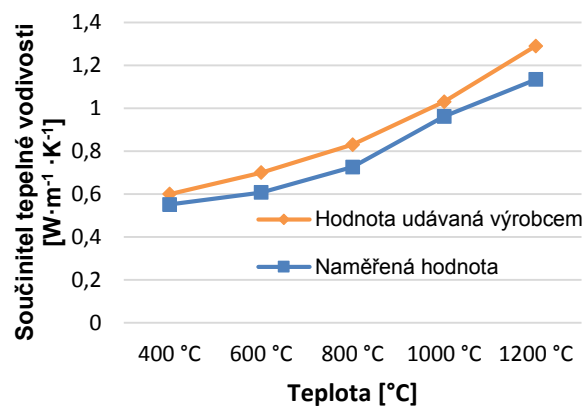
Vzorek 2ID



Vzorek 3ID



Vzorek 4ID



Vzorek 5ID

Obr. 55 Porovnání hodnot součinitele tepelné vodivosti

Udávané hodnoty objemové hmotnosti se výrazně neliší od hodnot, které byly neměřeny, jediný větší rozdíl je u vzorku 2ID. Kde jsou naměřené hodnoty nižší o téměř  $120 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ , to může být způsobeno buď nepřesnostmi v měření, nebo dodaný výrobek měl vyšší pórovitost a tím pádem i nižší objemovou hmotnost než udává výrobce.

Naměřené hodnoty součinitele tepelné vodivosti za zvýšených teplot byly v průměru o  $0,14 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  nižší oproti hodnotám, které udává výrobce. Největší odchylka byla neměřena opět u vzorku 2ID, která při  $1200 \text{ }^{\circ}\text{C}$  dosahovala hodnoty  $0,4268 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ , přičemž průměrná odchylka činila hodnotu  $0,2334 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Naměřené údaje jsou pravděpodobně nižší, protože výrobci raději udávají výsledky, které odpovídají horní hranici pro daný materiál.

## 4. Závěr

V teoretické části bakalářské práce jsou shrnuty a popsány zkušební postupy, které se používají pro stanovování a ověřování fyzikálně mechanických vlastností hutných i izolačních žárovzdorných materiálů. Jsou zde zastoupeny především zkoušky, které se provádějí za zvýšených teplot. Protože díky těmto zkouškám lze přesněji určit chování a vlastnosti žárovzdorných materiálů jaké budou mít při teplotách, ve kterých se skutečně používají. Jsou zde popsány i metody, které se v České republice dosud příliš často nepoužívají avšak ve světě jsou již poměrně běžné. V neposlední řadě jsou zde popsány metody, které se používají pro stanovování tepelné vodivosti, a také faktory které tepelnou vodivost ovlivňují.

V experimentální části práce byl důraz kladen především na stanovování tepelné vodivosti a jejího vztahu k objemové hmotnosti a pórovitosti žárovzdorných materiálů. Zdánlivá pórovitost, která byla měřena pomocí hydrostatického vážení a pomocí rtuťové porozimetrie, se u vzorků hutného dinasu pohybovala v rozmezí 10 až 13 %, póry se zde především vyskytovaly od 5 do 50  $\mu\text{m}$ , přičemž jejich průměrná velikost byla 27  $\mu\text{m}$ . U izolačního dinasu však byly rozdíly hodnot naměřených pomocí hydrostatického vážení a pomocí rtuťové porozimetrie větší, protože v izolačním dinasu se vyskytují i póry větší než 150  $\mu\text{m}$ , které nejsme schopni pomocí rtuťové porozimetrie změřit. Avšak při hydrostatickém vážení jsou i tyto větší póry do měření zahrnuty, a tak jsou hodnoty naměřené pomocí této metody vyšší. Zdánlivá pórovitost stanovená hydrostatickým vážením se tedy u vzorků izolačního dinasu pohybovala v rozmezí od 46 do 68 %. Přičemž póry se zde vyskytovaly od 5  $\mu\text{m}$  až do téměř 2 mm.

Měřením součinitele tepelné vodivosti za normálních teplot se potvrdilo, že s rostoucí pórovitostí, případně s klesající objemovou hmotností klesá hodnota součinitele tepelné vodivosti  $\lambda$ . Při měření za zvýšených teplot se potvrdil další předpoklad, a sice to, že s rostoucí teplotou roste exponenciálně hodnota součinitele tepelné vodivosti.

Z výsledků naměřených pomocí přístrojů Shoterm QTM a Isomet 2114 vyplývá, že přístroj Shoterm QTM je vhodný především pro měření izolačních materiálů s nižší objemovou hmotností a s nižším součinitelem tepelné vodivosti.

Zatímco přístroj Isomet 2114 je vhodný také pro měření hutných materiálů s vyšší hodnotou objemové hmotnosti a vyšší hodnotou součinitele tepelné vodivosti.

Na přístroji Isomet 2114 bylo provedeno také měření zkoumající vztah mezi velikostí tepelné vodivosti líce tvarovky a její řeznou plochou. Měřením se potvrdilo, že u hutných vzorků by se výsledky z obou měření neměly lišit, a rozdíly hodnot by měly být především u izolačního dinasu. U izolačního dinasu byla tedy průměrná odchylka mezi hodnotami téměř 5 %, přičemž na vzorcích hutného dinasu byla naměřena průměrná odchylka pouhých 0,5 %.

Z porovnání hodnot součinitele tepelné vodivosti, které byly naměřeny, a které udává jejich výrobce lze usuzovat, že výrobci ke svým výrobkům raději udávají krajní hodnoty, kterými se přiklání na bezpečnou stranu. Výrobci tak kompenzují případné nedostatky, které by mohly vzniknout při výrobě.

## Seznam použité literatury:

- [1.] NEVŘÍVOVÁ Lenka. Studium mikrostruktury žárovzdorných materiálů. Disertační práce. VUT v Brně. 152s. 2005
- [2.] KUTZENDÖRFER, Jaroslav a František TOMŠŮ. Žárovzdorné materiály. Vyd. 1. Praha: ČSVTS - Silikátová společnost České republiky, 2008, 99 s. ISBN 978-80-02-02076-9.
- [3.] HANYKÝŘ, Vladimír a Jaroslav KUTZENDÖRFER. *Technologie keramiky*. 1. vyd. Hradec Králové: Vega, 2000, 287 s., [10] s. barevných obrazových příloh. ISBN 8090086063
- [4.] STAROŇ, Jozef a František TOMŠŮ. Žiaruvzdorné materiály: výroba, vlastnosti a použitie. 1. vyd. Bratislava: Alfa, 1992, 339 s.
- [5.] B. S. Skidan, S. A. Borisov. High-Temperature Test of Heat-Insulating Refractory Materials for Thermal Conductivity. *Refractories and Industrial Ceramics*, Vol. 40, Nos. 3-4, 1999
- [6.] KUTZENDÖRFER, Jaroslav a Magdalena VÍDENSKÁ. Žárovzdorné materiály. 1.vyd. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 1992, 100 s. ISBN 8070801488.
- [7.] HERAINOVÁ, Marcela. Žárovzdorné materiály. 2. vyd. Praha: Silikátový svaz, 2007, 34 s., [7] s. barev. obr. příl. ISBN 9788086821450
- [8.] SAŠEK Ladislav a BARTUŠKA Miloslav. Laboratorní metody v oboru silikátů, Nakladatelství technické literatury Praha, 1981, 319 s. ISBN 04-824-81
- [9.] KUTZENDÖRFER, Jaroslav. Koroze žárovzdorných materiálů. Praha: Silikátová společnost České republiky, 1998, 34 s. ISBN 8002012046
- [10.] HANYKÝŘ, Vladimír a Jaroslav KUTZENDÖRFER. *Technologie keramiky*. Vyd. 2., V Silikátovém svazu 1. Praha: Silikátový svaz, 2008, 387 s., [9] s. barev. obr. příl. ISBN 9788086821481
- [11.] KOTOUČEK, Miroslav, Leopold VAŠICA a Lenka NEVŘÍVOVÁ. *DINAS – TRADIČNÍ ŽÁROVZDORNÝ MATERIÁL PRO KOKSÁRENSKÉ BATERIE* [online]. 2012, roč. 4 [cit. 2014-04-25]. ISSN 1804-2058. Dostupné z: [www.paliva.vscht.cz](http://www.paliva.vscht.cz)
- [12.] *NETZSCH* [online]. [cit. 2014-05-25]. Dostupné z: <http://www.netzsch-thermal-analysis.com/>
- [13.] SCHACHT. *Refractories handbook*. New York: Marcel Dekker, c2004, viii, 499 s. Mechanical engineering (Marcel Dekker, Inc.), 178. ISBN 08-247-5654-1.

- [14.] VELEZ, M. *Characterization and testing of refractories for glass tank melters* [online]. [cit. 2014-05-26]. ISSN 0366-6913. Dostupné z: [http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0366-69132001000200009&script=sci\\_arttext#fig1](http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0366-69132001000200009&script=sci_arttext#fig1)
- [15.] *Journal of the European Ceramic Society: Degradation mechanisms and use of refractory linings in copper production processes: A critical review*. Amsterdam: Elsevier Ltd., 2014, roč. 3, č. 34. ISSN 0955-2219. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0955221913004652>
- [16.] NEVŘISOVÁ, Lenka. *Speciální keramika: Žárovzdorné materiály* [online]. Brno, 2006 [cit. 2014-05-26]. Studijní opory. VUT Brno fakulta stavební.
- [17.] ČSN EN 993-12 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 12: Stanovení žárovzdornosti
- [18.] ČSN EN 993-8 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 8: Stanovení únosnosti v žáru
- [19.] ČSN EN 993-8 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 9: Stanovení tečení v tlaku
- [20.] ČSN EN 993-14 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 15: Stanovení tepelné vodivosti metodou topného drátu (křížové uspořádání)
- [21.] ISOMET Portable heat transfer analyzer [online ] [cit. 2015-03-27] Dostupné z <http://www.appliedp.com/en/isomet.htm>
- [22.] Pyrometric Cone Equivalent [online] [cit. 2015-03-27] Dostupné z <http://www.netzsch-thermal-analysis.com/>
- [23.] Principal Methods of Thermal Conductivity Measurement [online] [cit. 2015-03-29] Dostupné z <http://thermophysical.tainstruments.com/>
- [24.] Thermal conductivity 30: thermal expansion 18 : joint conferences : August 29-September 2, 2009, Pittsburgh, Pennsylvania, USA. Lancaster, Pa: Destech, 2010. ISBN 978-160-5950-150.
- [25.] DOS SANTOS, Wilson Nunes. Thermal properties of melt polymers by the hot wire technique. *Polymer Testing* [online]. 2005, roč. 24, č. 7, s. 932-941 [cit. 2015-04-25]. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2005.06.001. Dostupné z <http://www.sciencedirect.com.ezproxy.lib.vutbr.cz/science/article/pii/S0142941805000905>

- [26.] FRANCO, Alessandro. An apparatus for the routine measurement of thermal conductivity of materials for building application based on a transient hot-wire method. *Applied Thermal Engineering*. 2007, vol. 27, 14-15, s. 2495-2504. DOI: 10.1016/j.applthermaleng.2007.02.008.
- [27.] Refractories handbook. New York: Marcel Dekker, c2004, viii, 499 s. Mechanical engineering (Marcel Dekker, Inc.), 178. ISBN 08-247-5654-1.
- [28.] KUTZENDÖRFER, Jaroslav a Zdeněk MÁŠA. Žárovzdorné tepelně izolační materiály. 1. vyd. Praha: Informatorium, 1991, 268 s.
- [29.] HROUDOVÁ, Jitka a Jiří ZACH. BJ07 Izolační materiály: Návod do cvičení. VUT v Brně, FAST 2011.
- [30.] Dílčí zpráva za rok 2013 projekt TAČR číslo TA 02021231 Vývoj ostrovního solárního systému s koncentrátorem ve formě speciální optické čočky, s využitím optických vláken pro přenos energie a úložištěm energie pro celoroční provoz.
- [31.] Tepelné vlastnosti. In: [online]. [cit. 2015-04-26]. Dostupné z: <http://ceg.fsv.cvut.cz/ceg-old/CZ/ceg-vyzkum/tepelne.htm>
- [32.] LACH, Vladimír a Marcela DAŇKOVÁ. Mikrostruktura stavebních látek. 2. vyd. Brno: VUT, 1991, 178 s. ISBN 80-214-0309-8.
- [33.] P-D Refractories CZ a.s.: [online]. [cit. 2015-05-06]. Dostupné z: <http://www.pd-refractories.cz/vyrobní-program/269-dls6-150>
- [34.] ČSN EN 993-1 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 1: Stanovení objemové hmotnosti, zdánlivé pórovitosti a skutečné pórovitosti
- [35.] ČSN EN 993-2 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 2: Stanovení hustoty
- [36.] ČSN EN 993-7 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 7: Stanovení pevnosti v ohybu za zvýšené teploty
- [37.] ČSN EN 993-9 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 9: Stanovení tečení v tlaku
- [38.] ČSN EN 993-10 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 10: Stanovení trvalých délkových změn v žáru
- [39.] ČSN EN 993-11 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 11: Stanovení odolnosti proti náhlým změnám teploty
- [40.] ČSN EN 993-12 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 12: Stanovení žárovzdornosti

- [41.] ČSN EN 993-15 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 15: Stanovení tepelné vodivosti metodou topného drátu (paralelní uspořádání)
- [42.] ČSN EN 993-18 Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné - Část 18: Stanovení objemové hmotnosti zrněných materiálů vodní vakuovou metodou



## Seznam obrázků

Obr. 1 Teplotní rozmezí působení jednotlivých druhů vazeb.....	15
Obr. 2 Tvar a rozměry žároměrek [8.] .....	20
Obr. 3 Žároměrky po výpalu [12.].....	20
Obr. 4 Schéma přístroje pro měření pevnosti v ohybu za zvýšené teploty [12.]...	22
Obr. 5 Měření pevnosti v ohybu v praxi [12.].....	22
Obr. 6 Stanovení pevnosti v ohybu za zvýšené teploty na vzorcích dinasu [11.] .	23
Obr. 7 Teploty deformace žárovzdorných výrobků [1.] .....	24
Obr. 8 Řez zkušebním vzorkem a schéma přístroje [12.].....	25
Obr. 9 Ohřátí vzorku a jeho následné ochlazení dle DIN 51068-1 .....	26
Obr. 10 Schéma tyčového dilatometru [12.] .....	27
Obr. 11 Závislost lineární roztažnosti žárovzdorných materiálů na teplotě $t$ [28.] .	28
Obr. 12 Detail uchycení trámečku ve zkušebním zařízení .....	33
Obr. 13 Vzorek po ponořovací trámečkové zkoušce [14.] .....	33
Obr. 14 Schéma zkorodovaného žáromateriálu po kelímkové zkoušce [8.] .....	34
Obr. 15 Vzorek po kelímkové zkoušce .....	34
Obr. 16 Schéma modelové pece [15.] .....	35
Obr. 17 Znázornění směru tepelného toku vzorkem [23.] .....	37
Obr. 18 Závislost součinitele tepelné vodivosti a složek vedení tepla na teplotě [28.] .....	38
Obr. 19 Závislost součinitele tepelné vodivosti na objemové hmotnosti při různých teplotách [28.].....	39
Obr. 20 Závislost součinitele tepelné vodivosti na teplotě a velikosti pórů [28.] ...	40
Obr. 21 Závislost součinitele tepelné vodivosti na teplotě pro různé plyny [28.]...	41
Obr. 22 Schéma měřícího zařízení.....	42
Obr. 23 Schéma měřícího zařízení [12.].....	43
Obr. 24 Nárůst teploty v čase: a- teoretická křivka, b- skutečná křivka [24.] .....	44
Obr. 25 Schéma křížového uspořádání [29.].....	45
Obr. 26 Schéma paralelního uspořádání.....	46
Obr. 27 Výsledky měření součinitele tepelné vodivosti metodou topného drátu dle normy ČSN EN 993 – 15 [11.].....	46
Obr. 28 Plošná a jehlová sonda [21.] .....	48

Obr. 29 Schéma uložení topného drátu a termočlánků [20.] .....	49
Obr. 30 Zkušební celek [25.] .....	50
Obr. 31 Jehlová sonda [31.] .....	50
Obr. 32 Měřicí nádoba po dosažení 700 °C [30.] .....	51
Obr. 33 Porozimetr .....	55
Obr. 34 Detail dilatometru .....	55
Obr. 35 Přístroj Shoterm QTM.....	56
Obr. 36 Přístroj Isomet 2114 .....	57
Obr. 37 Detail plošné sondy .....	57
Obr. 38 Schéma uložení.....	58
Obr. 39 Vzorek s připravenými zářezy .....	58
Obr. 40 Izolační dinas .....	59
Obr. 41 Hutný dinas .....	60
Obr. 42 Mikroskopické snímky .....	61
Obr. 43 Porovnání objemových hmotností v závislosti na metodě stanovení.....	62
Obr. 44 Distribuce pórů ve zkušebních vzorcích izolačního dinasu.....	63
Obr. 45 Distribuce pórů ve zkušebních vzorcích hutného dinasu.....	64
Obr. 46 Histogram rozložení pórů ve vzorcích izolačního dinasu.....	65
Obr. 47 Histogram rozložení pórů ve vzorcích hutného dinasu .....	65
Obr. 48 Závislost zdánlivé pórovitosti na objemové hmotnosti .....	66
Obr. 49 Závislost tepelné vodivosti na objemové hmotnosti.....	67
Obr. 50 Porovnání měření lícové strany a řezné strany .....	69
Obr. 51 Nárůst teploty v čase při měření vzorku 1ID .....	70
Obr. 52 Závislost součinitele tepelné vodivosti izolačního dinasu na teplotě .....	71
Obr. 53 Závislost součinitele tepelné vodivosti hutného dinasu na teplotě.....	71
Obr. 54 Porovnání objemových hmotností .....	72
Obr. 55 Porovnání hodnot součinitele tepelné vodivosti.....	73

## Seznam tabulek

Tab. 1 Teplota tání jednotlivých oxidů .....	12
Tab. 2 Rozdělení pórů podle jejich velikostí .....	19
Tab. 3 Základní fyzikální vlastnosti.....	62
Tab. 4 Hodnoty stanovené vysokotlakou rtuťovou porozimetrií na vzorcích izolačního dinasu.....	63
Tab. 5 Hodnoty stanovené vysokotlakou rtuťovou porozimetrií na vzorcích hutného dinasu.....	64
Tab. 6 Stanovení součinitele tepelné vodivosti za běžných teplot.....	67
Tab. 7 Isomet 2114 měření na líci a řezu .....	68
Tab. 8 Stanovení součinitele tepelné vodivosti za zvýšených teplot .....	70
Tab. 9 Parametry udávané výrobcem [33.] .....	72